



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

PŘÍPRAVA A TESTOVÁNÍ SNOM SOND SPECIÁLNÍCH VLASTNOSTÍ

PREPARATION AND TESTING OF SNOM PROBES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

JURAJ BOBEK

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. RNDr. JIŘÍ SPOUSTA, Ph.D.

BRNO 2017

Abstrakt

Oblasť výskumu, ktorá sa zaoberá úpravou povrchov a tvorbou nanoštruktúr, je ešte stále veľmi neprebádaná. A iba malý príspevok do tejto oblasti je pojednávaný v tejto bakalárskej práci.

Jej cieľom je výroba a testovanie sondy z dutého optického vlákna určenej do rastrovacej sondovej mikroskopie. Parametre optického vlákna v kombinácii s vhodnou technikou umožnia prelom mnohým zaujímavým aplikáciám. Za zmienku stojí vstrekovanie plynu do blízkosti povrchu vzorky (GIS) a jeho následná modifikácia použitím elektrónového (FEBID), iónového (FIBID) alebo laserového zväzku.

Summary

The area of research that deals with surface modification and preparation of nanostructures is still very unexplored. And only a little contribution to this field is discussed in this bachelor thesis.

Its goal is to manufacture and to test a probe made off hollow optical fibre that is used in Scanning Probe Microscopy. Optical fibre parameters in combination with proper and unique techniques allow the breakthrough of very interesting applications. It's worth mentioning the gas injection in the proximity of the surface of a sample (GIS) and thus its modification by use of electrons (FEBID), ions (FIBID) or laser beams.

Klíčová slova

AFM, duté optické vlákno, FEBID, FIBID, FIB, GIS, Kaufmanov iónový zdroj, leptanie, LiteScope, SEM, SNOM, SPM

Keywords

AFM, hollow optical fibre, FEBID, FIBID, FIB, GIS, Kaufman ion source, etching, LiteScope, SEM, SNOM, SPM

BOBEK, J. *Příprava a testování SNOM sond speciálních vlastností*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2017. 35 s. Vedoucí prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.

Vyhlasujem, že som bakalársku prácu vypracoval samostatne a že som uviedol všetky použité pramene a literatúru.

Juraj Bobek

Za vedenie mojej práce ďakujem prof. RNDr. Jiřímu Spoustovi, Ph.D. Za pomoc, rady, školenia, konzultácie a podporu ďakujem nasledujúcim osobám- Ing. Petru Báborovi, Ph.D., Ing. Petru Dvořákovi, Ing. Janu Neumanovi, Ph.D., Ing. Zdeňku Nováčkovi, Ph.D., Ing. Michalu Potočkovi, Ph.D., Ing. Tomáši Šamořilovi, Ph.D. Za poskytnutie priestorov a zariadení ďakujem firmám CEITEC a NenoVision. Za finančnú pomoc ďakujem projektu AMISPEC. V poslednej rade ďakujem mojej rodine a priateľom, ktorí ma v priebehu celého štúdia podporovali.

Juraj Bobek

Obsah

1	Úvod	2
2	Teoretická časť	3
2.1	TESCAN LYRA3	3
2.1.1	Rastrovacia elektrónová mikroskopia	3
2.1.2	Leptanie fokusovaným iónovým zväzkom	4
2.1.3	Depozícia indukovaná fokusovaným elektrónovým/iónovým zväzkom	6
2.2	Optické vlákno	7
2.3	Leptanie kyselinou fluórovodíkovou	8
2.4	Depozičná aparátúra typu Kaufman	9
2.5	Rastrovacia sondová mikroskopia	9
2.5.1	Mikroskopia atomárných síl	11
2.5.2	Princíp	11
2.5.3	Zobrazovacie módy	13
2.5.4	Použité AFM mikroskopy	15
3	Praktická časť	17
3.1	Leptanie optického vlákna kyselinou fluórovodíkovou	17
3.2	Úprava vyleptaného dutého vlákna do špičky	22
3.3	Meranie topografie s pôvodným vláknom na prístroji NT-MDT NTegra Solaris	24
3.4	Výroba nanoanténok na krátkom vlákne	27
3.5	Integrácia opracovaného optického vlákna na rastrovací sondový mikroskop NenoVision LiteScope	27
3.6	Vylepšenie stávajúceho systému NanoGIS a testovanie s opracovaným vláknom	29
4	Záver	32
5	Zoznam použitých skratiek a symbolov	35

1. Úvod

Súčasná veľmi rýchlo sa rozvíjajúca a populárna oblasť vedeckého výzkumu sa zaoberá metódami, ktoré umožňujú zobrazovať, upravovať a vytvárať štruktúry s mikroskopickými až nanoskopickými rozmermi. Jednou z možností, ktorej dosiaľ na tieto účely nebolo venovanej príliš veľa pozornosti, je použitie dutého optického vlákna, ktoré napr. podľa [1] poskytuje nové metódy štúdia biologických vzoriek na modifikovaných optických vláknach.

V tejto bakalárskej práci sa zaoberáme prípravou SPM sondy špeciálnych vlastností z dutého vlákna¹. Konkrétne musí duté vlákno prepúšťať plyn a viesť svetlo (laserový zväzok). V neposlednej rade musí fungovať ako sonda do AFM mikroskopie. Použitie v oblasti AFM mikroskopie vyžaduje ostrý hrot a odolnosť hrotu voči mechanickému poškodeniu. Vláknko je integrované do AFM mikroskopov NT-MDT NTegra Solaris a NanoVision LiteScope.

Okrem úpravy dutého vlákna sa v práci zaoberáme modifikáciou aparatury NanoGIS, ktorá slúži k zavedeniu plynu a laserového zväzku do vlákna. NanoGISu je venovaná časť 3.6.

Táto práca je rozdelená do dvoch častí, teoretickej a experimentálnej. V teoretickej časti čitateľa oboznámime s experimentálnymi technikami a prístrojmi používanými v procese modifikácie dutého vlákna. V experimentálnej časti predostrieme čitateľovi naše postupovanie pri úprave dutého vlákna, výsledky meraní a niekoľko konštrukčných riešení týkajúcich sa najmä aparatury NanoGIS.

Úprava dutého vlákna spočíva v leptaní plášťa (materiál SiO_2) v HF z pôvodného priemeru ($81 \mu\text{m} \pm 5 \mu\text{m}$) na priemer mikroštruktúrovanej oblasti ($\sim 23 \mu\text{m}$). Ďalším krokom je leptanie hrotu FIBom do tvaru ihlanu (poprípade klinu). Posledným krokom je depozícia nanoanténok na hrot dutého vlákna.

Táto práca nadväzuje na bakalársku prácu Bc. V. Hertla [2]. V. Hertl sa okrem iného zaoberal leptaním dutých vlákien v HF. Leptanie dutých vlákien v HF je komplikované z dôvodu vniku HF do mikroštruktúrovanej oblasti, ktorá sa leptá. V. Hertl tento problém vyriešil zalepením konca vlákna PMMA. My sme sa rozhodli prísť na nový spôsob leptania, ktorý by nutnosť lepenia PMMA odstránil.

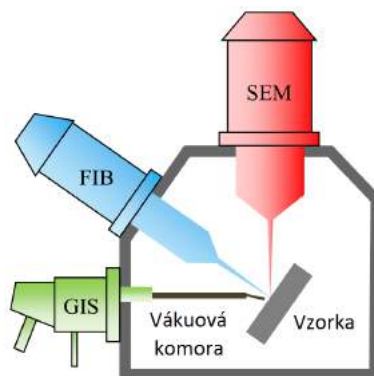
¹Čitateľ nájde popis dutého vlákna v časti 2.2 na str 7.

2. Teoretická časť

V tejto časti popíšeme všetky experimentálne techniky a prístroje použité v predloženej práci. Jedná sa o popis elektrónového mikroskopu TESCAN LYRA3, leptanie kyselinou fluórovodíkovou (HF), depozičnú aparatúru typu Kaufman a samotné optické vlákno, s ktorým pracujeme.

2.1. TESCAN LYRA3

Veľká časť analýzy a úpravy optického vlákna prebiehala na prístroji LYRA3, vyrábaným firmou TESCAN. Je to riešenie, ktoré kombinuje rastrovaciu elektrónovú mikroskopiu (SEM) s leptaním fokusovaným iónovým zväzkom (FIB). Zjednodušená schéma je na obr. 2.1. Okrem toho je tento systém modulárny, čo umožňuje použitie ďalších techník, konkrétne v tejto práci sa jedná o techniky indukovanej depoziície fokusovaným elektrónovým zväzkom (FEBID), poprípade iónovým zväzkom (FIBID), ktoré fungujú v kombinácii so systémom vstrekovania plynu (GIS) [3]. V ďalšom popíšeme jednotlivé zmienené techniky tohto zariadenia, použité v tejto práci.



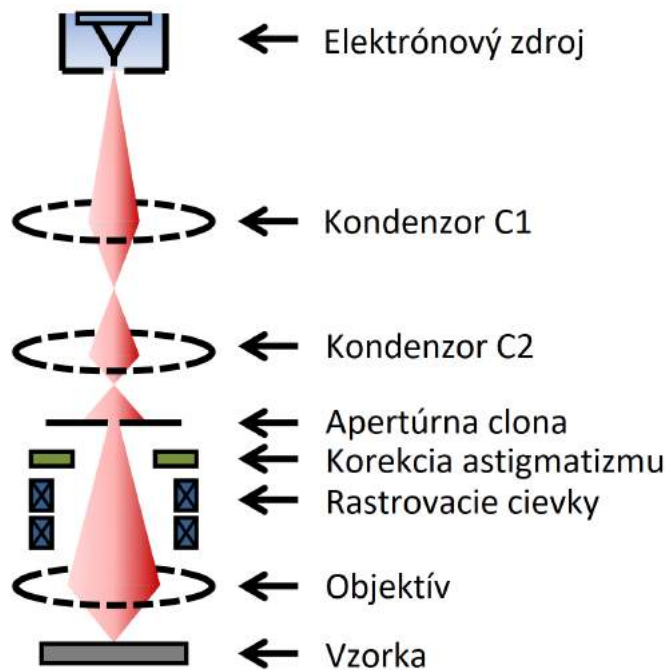
Obr. 2.1: Schéma rastrovacieho elektrónového mikroskopu TESCAN LYRA3. Prevzaté a upravené z [3].

2.1.1. Rastrovacia elektrónová mikroskopia

Rastrovacia elektrónová mikroskopia získava obraz rastrovaním fokusovaného elektrónového zväzku po vzorke. Interakciou elektrónov s vzorkou vzniká široké spektrum signálov, ktoré poskytuje informácie nielen o morfológii, ale aj o zložení vzorky. SEM umožňuje pozorovať objekty s rozmermi v jednotkách mikrometrov až nanometrov. Takéto rozlíšenie umožňuje vlnová povaha elektrónov. Podľa de Broglieho vzťahu môžeme priradiť elektrónom (v závislosti na ich energii) vlnovú dĺžku, ktorá môže byť menšia ako vlnová dĺžka svetla v optickej mikroskopii [4]. Ďalšou výhodou oproti optickej mikroskopii je veľká hĺbka ostrosti.

V ďalšom popíšeme schému elektrónového tubusu, ktorá je na obr. 2.2. Tubus sa skladá zo zdroja elektrónov, fokusačnej sústavy, korektora astigmatizmu a vychyľovacieho systému.

Elektróny sú emitované zo zdroja, ktorý býva najčastejšie trojakého typu. Termoemisný s wolframovým vláknom, termoemisný s kryštalom LaB_6 alebo autoemisný [5].



Obr. 2.2: Schéma tubusu zariadenia SEM. Prevzaté a upravené z [6].

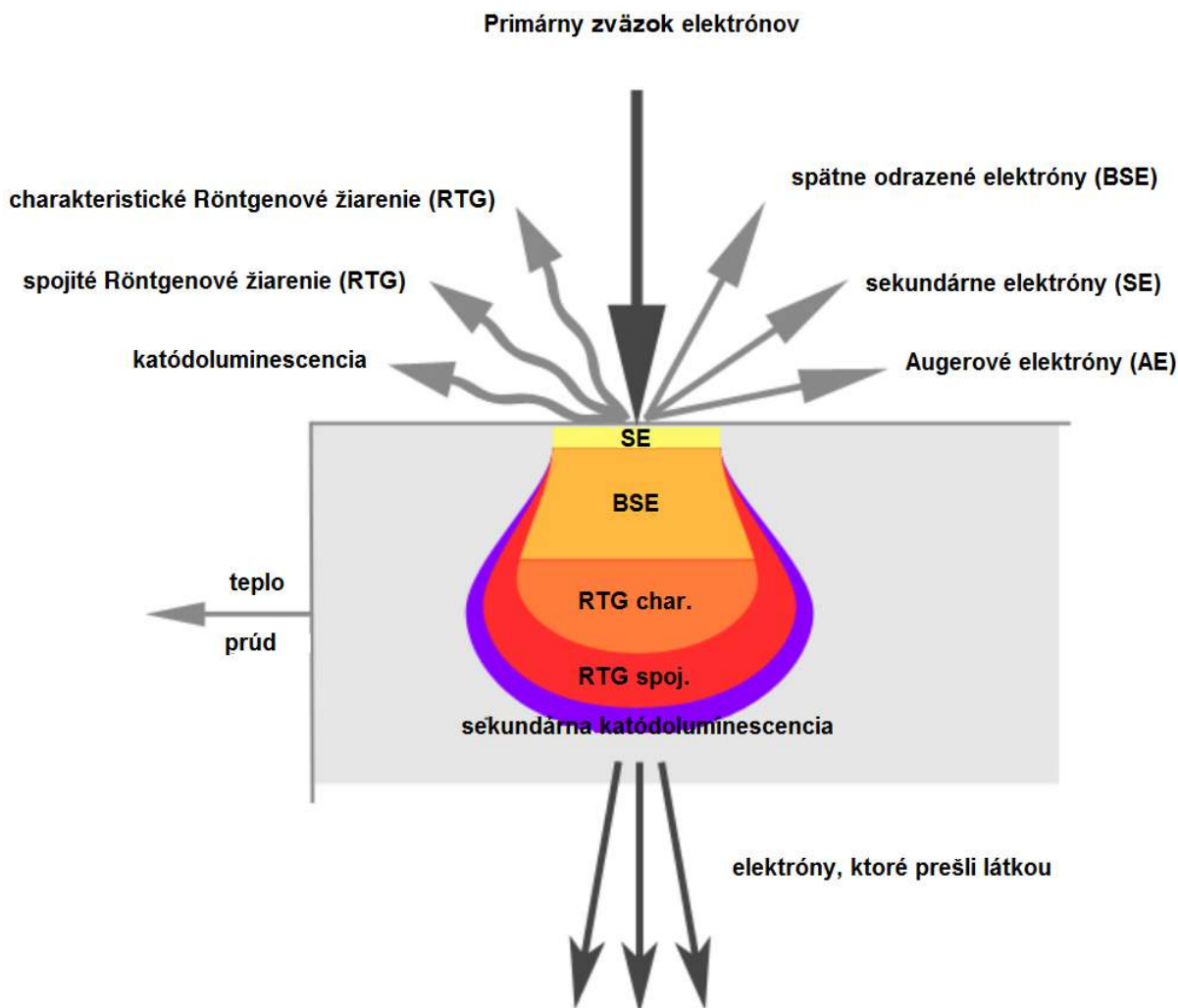
Elektrónový zväzok, ktorý má typické hodnoty energií od 0,2 keV do 40 keV, je fokusovaný dvomi elektromagnetickými šošovkami - kondenzorom C1 a C2 na plošku s priemernou veľkosťou 0,4 až 5 nm. Budením týchto šošoviek regulujeme prúd elektrónov vo zväzku. Ďalej zväzok prechádza apertúrnou clonou, ktorá orezáva zväzok, ktorým rastrujeme vzorku. Korekciu astigmatizmu zabezpečuje elektromagnetický okupól. K samotnému rastrovaniu po vzorke slúžia rastrovacie cievky a nakoniec zväzok zaostrujeme objektívom.

Interakciou elektrónového zväzku s vzorkou vzniká tzv. interakčná oblasť, ktorá má tvar hrušky a ktorej rozmery sa pohybujú od 10 nm do 5 μm , pozri obr. 2.3. Jej objem závisí od dopadovej kinetickej energie elektrónov, atómovom čísle materiálu vzorky a hustoty vzorky. V tejto interakčnej oblasti elektróny strácajú energiu náhodným rozptylom. Táto výmena energií ústí do pružného rozptylu vysoko energetických elektrónov, nepružného rozptylu sekundárnych elektrónov a emisie elektromagnetického žiarenia. Tieto javy môžu byť detekované špeciálnymi detektormi. Taktiež môže byť detekovaný prúd absorbovaný vzorkou a tak vytvorený obraz distribúcie prúdu na vzorke (EBIC).

2.1.2. Leptanie fokusovaným iónovým zväzkom

Fokusovaný iónový zväzok (FIB) sa v tejto práci používa na vytváranie špičky hrotu vlákna do tvaru ihlanu. Funguje na podobnom princípe ako SEM, iba s tým rozdielom, že na zobrazovanie používa namiesto elektrónov ióny. FIB a SEM môžu byť integrované do jedného systému, presne tak, ako to je na zariadení TESCAN LYRA3.

Najviac zariadení používa ako zdroj iónov atómy kovu v kvapalnej fáze (LMIS), schéma je na obr. 2.4. Najčastejšie sa jedná o gálium. Ten sa používa aj na LYRE3. Kov gália je umiestnený do kontaktu s volfrámovou ihlicou a ohriaty tečie na špičku ihlice (ktorá má rádius 2 až 5 μm [5]), kde sa vplyvom povrchového pnútia a elektrického poľa zformuje do tvaru Taylorovho kužela [5]. Rádius hrotu Taylorovha kužela je extrémne malý (jednotky



Obr. 2.3: Schéma interakčnej oblasti elektrónov na povrchu vzorky. Jej tvar pripomína hrušku. Prevzaté a upravené z [7].

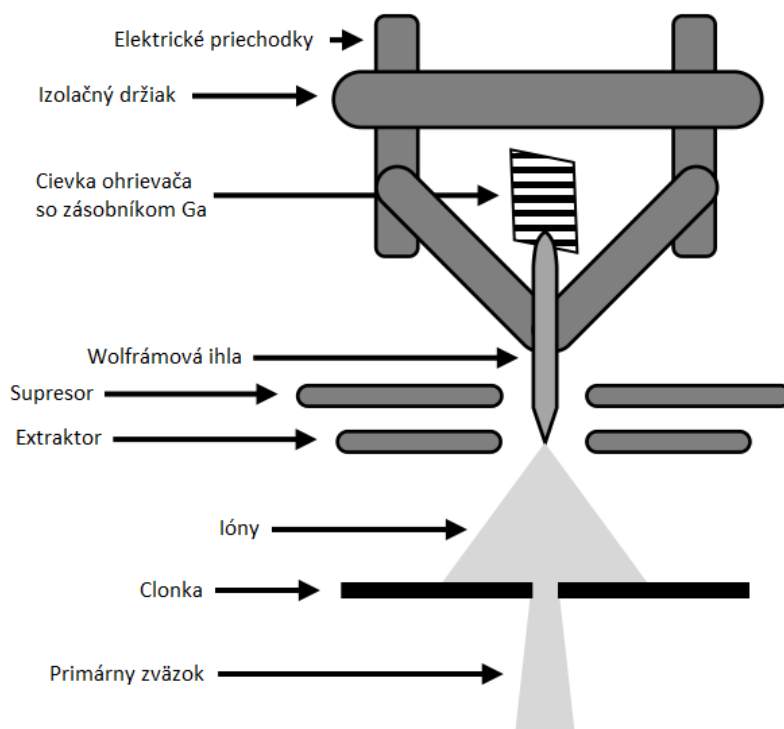
nanometrov). Veľké elektrické pole na tomto malom hrote (rádovo 10^{10} V/m) spôsobuje ionizáciu a emisiu gáliových iónov.

Zdrojové ióny sú zvyčajne urýchlené na energiu 1 až 50 keV a fokusované na vzorku elektrostatickými šošovkami. LMIS produkuje vysokú prúdovú hustotu iónového zväzku s malým energetickým rozpätím. Moderný FIB dodáva rádovo desiatky nanoampérov prúdu na vzorku a dokáže ju zobrazit s veľkosťou stopy rádovo desiatky nanometrov.

Podobne ako elektrónový mikroskop je zariadenie FIB zdrojom nabitých častíc, iónov. Tieto, prevážne ťažšie, ióny s vysokou kinetickou energiou, sú pomocou optickej sústavy taktiež formované do zväzku a sústredené do veľmi malej oblasti, stopy. Navyše zariadenie FIB umožňuje zväzok iónov vychýľovať a prevádzať rastovanie. Okrem odprašovania a depozície je možné povrch študovanej vzorky aj zobrazovať pomocou detekcie sekundárnych elektrónov (prípadne iónov), podobne ako pri použití elektrónového zväzku.

V dnešnej dobe je možné sa stretnúť s mnohými typmi zariadení FIB, ktoré sa líšia tak ako použitým typom iónov a ich získavaním, tak aj konštrukciou, rozsahom urýchľovacieho napätia, atď. Niektoré typy získavajú ióny z plazmy (napr. Xe plazmový FIB), alebo ionizovaním plynu pôsobením silného elektrického poľa (GFIS – Gas Field Ion Source, napr. He FIB). V súčasnosti medzi najrozšírenejšie zariadenia produkujúce fokusovaný

2.1. TESCAN LYRA3



Obr. 2.4: Schéma s galiovým (LMIS) zdrojom. Prevzaté a upravené z [8].

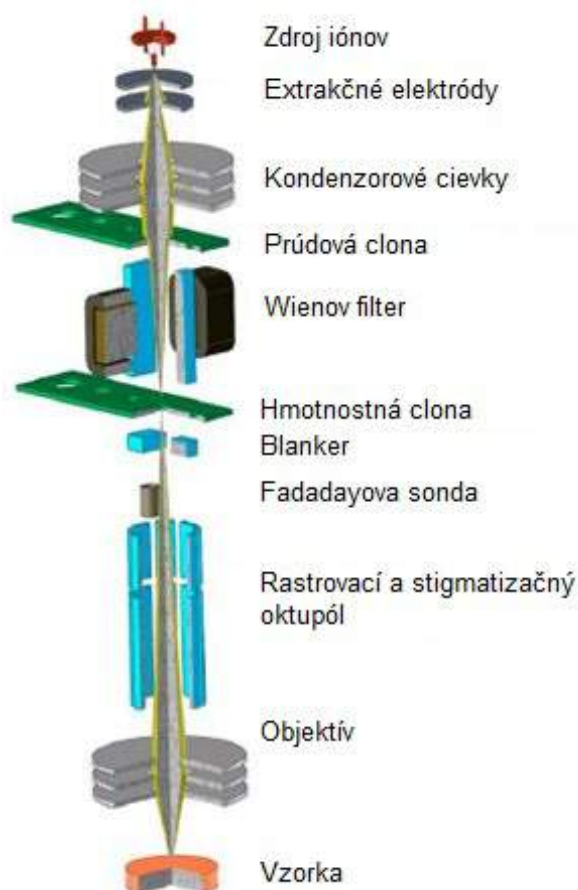
iónový zväzok patrí typ, v ktorého zdroji sú ionizované atómy čistého kovu alebo jeho zliatin v kvapalnej fázi (LMIS – Liquid Metal Ion Source). Zariadenie FIB s týmto zdrojom je používané aj v rámci tejto práce. Schéma je na obr. 2.5.

Zväzok iónov vzniká v zdroji, ďalej prechádza oblasťou kondenzorových šošoviek a systémom meniteľných prúdových cloniek, ktoré majú rôzne priemery. Tieto dva prvky majú najväčší vplyv na výslednú hodnotu iónového prúdu. Vychýľovanie zväzku a korekcia astigmatizmu orezaného zväzku je zabezpečená pomocou dvojitého oktupólu. Zaostrenie na povrch vzorky je prevedené pomocou objektívu. K prerušeniu iónového zväzku slúži elektróda pre odklon zväzku a k meraniu iónového prúdu slúži Faradayova sonda. Priestor medzi zdrojom iónov spolu s kondenzorom a zvyškom tubusu je pri vypnutej emisii oddelený vákuovým ventilom.

2.1.3. Depozícia indukovaná fokusovaným elektrónovým/iónovým zväzkom

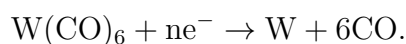
Systém vstrekovania plynu (GIS) predstavuje spôsob, akým do blízkosti vzorky privádzať plyn, ktorý môže interagovať s povrchom vzorky. V prípade vodnej pary môžeme leptať oxidy germánia alebo kremíka. Molekuly plynu môžu taktiež obsahovať častice, ktoré môžeme deponovať na povrch vzorky tým, že tento plyn modifikujeme, napr. fokusovaným elektrónovým zväzkom (FEBID) alebo iónovým zväzkom (FIBID). V tejto práci sa systém GIS používa práve v technikách FEBID a FIBID. Obidve metódy pracujú na podobnom princípe, preto popíšeme iba princíp fungovania FEBID.

Metóda FEBID je založená na využití systému vstrekovania plynu (GIS), ktorým dopravíme na povrch vzorky molekuly prekursoru, kde dochádza k ich adsorbcií. Po vy-



Obr. 2.5: Schéma s FIB tubusom. Prevzaté a upravené z [9].

stavení pôsobenia elektrónového (poprípade iónového) zväzku dochádza k disociácii molekúl prekursoru na častice, ktoré ostávajú na povrchu vzorky a vytvárajú požadovanú štruktúru, a na volatilné komponenty, ktoré sa z povrchu vzorky desorbujú a ďalej sú transportované pumpou von z komory. Celý proces je vyobrazený na obr. 2.6. Napríklad v použití prekursoru s wolfrámovými molekulami, depozícia prebieha podľa nasledujúcej rovnice [10]:



2.2. Optické vlákno

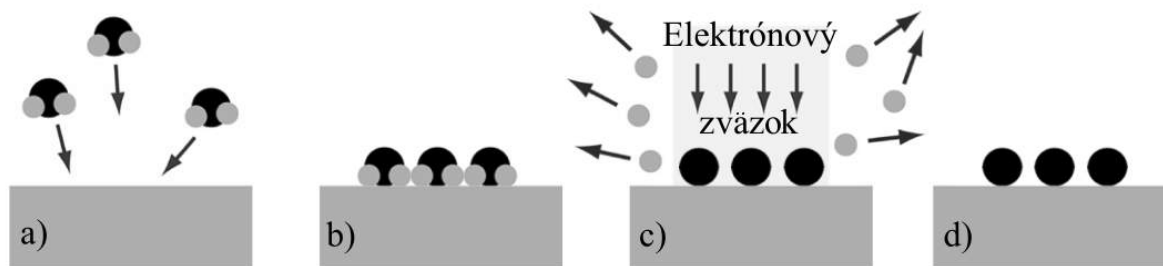
V tejto práci používame dva druhy optických vlákien. Jedno vlákno s plným jadrom, ktoré slúžilo k osvojeniu si leptania HF, leptania FIB a lepenia na piezo ladičku. Druhé vlákno (s dutým jadrom) je ťažiskom tejto práce. Dôvod, prečo sme používali aj plné vlákno, spočíval v jeho nízkej cene.

V tejto práci bolo použité duté optické vlákno HC-532-02 vyrábané firmou NKT Photonics. Schéma vlákna so základným fyzikálnym popisom je na obr. 2.7.

Hlavný rozdiel medzi dutým a plným vláknom spočíva v tom, že duté vlákna používajú k vedeniu svetla v dutom jadre¹ mikroštruktúrovanú oblasť opláštenia so vzduchovými

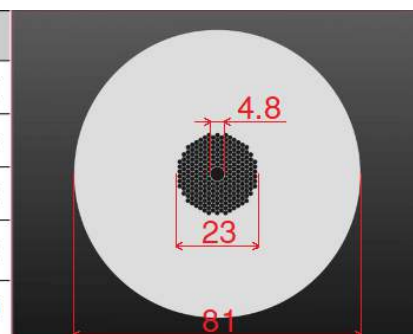
¹Viac ako 98 % intenzity svetla sa nachádza v dutom jadre.

2.3. LEPTANIE KYSELINOU FLUÓROVODÍKOVOU



Obr. 2.6: Proces FEBID v jednotlivých krokoch: a) privedenie a b) adsorpcia molekúl prekursoru na povrch vzorky, c) disociácia adsorbovaných molekúl vplyvom interakcie s elektrónovým zväzkom a únik volatilných komponentov do priestoru vákuua, d) deponovaná štruktúra. Prevzaté a upravené z [10].

Fyzikálne vlastnosti	
Priemer jadra (centrálny otvor)	$4.8 \mu\text{m} \pm 0.5 \mu\text{m}$
Priemer mikroštruktúrovanej oblasti	$\sim 23 \mu\text{m}$
Priemer plášťa (SiO_2)	$81 \mu\text{m} \pm 5 \mu\text{m}$
Priemer obalu	$241 \mu\text{m} \pm 20 \mu\text{m}$
Materiál obalu	Akrylát



Obr. 2.7: Schéma prierezu optického vlákna NKT HC-532-02 s popisom fyzikálnych parametrov. Jednotky kót sú v mikrometroch. Prevzaté a upravené z [11].

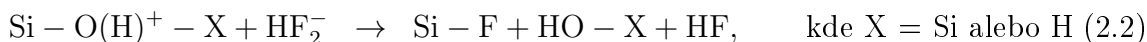
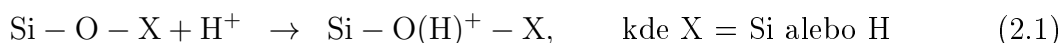
otvormi. Mechanizmus šírenia svetla pomocou fotonického kryštálu je fundamentálne odlišný od tradičného princípu totálneho odrazu. Podobne ako kryštálová mriežka vytvára pre elektróny pás zakázaných energií, vytvára fotonický kryštál pre svetlo pás zakázaných frekvencií, pre ktoré nie je svetlu umožnené prechádzať. Fotón je ovplyvnený periodickou dielektrickou konštantou okolného materiálu a môže sa pohybovať iba dovoľeným smerom [2]. Aby fotón mohol interagovať s periodickým prostredím, musí byť jeho vlnová dĺžka zrovnateľná s mriežkovou konštantou [12].

Vlákna sa vyznačujú dobrými mechanickými vlastnosťami (polomer ohybu pod 1 cm). Vlákno je vyrábané pre použitie svetla s vlnovou dĺžkou (530 ± 5) nm a svetelný zväzok ním šírený vykazuje gausovské rozloženie intenzity.

2.3. Leptanie kyselinou fluórovodíkovou

Prvý krok úpravy vlákna spočíva v leptaní plášťa z SiO_2 kyselinou fluórovodíkovou (HF). Plášť (aj mikroštruktúrovaná oblasť) je vyrobená z kremenného skla. HF je kyselina, ktorá sa nerozpúšťa vo vode úplne. HF je taktiež prítomná vo forme dimérov H_2F_2 a diméry môžu stratiť protón, poskytnúc ióny HF_2^- . V leptacom procese SiO_2 je väzba Si–O prerušená a nahradená väzbou Si–F. Teda, koncentrácie H^+ , HF a iónov HF_2^- sú dôležité [13].

Reakcia prebieha v dvoch krokoch:



Skupina HO–X je rozpustná a stála vo vode. Reakcie (2.1) a (2.2) sú závislé na pH a každá z nich dominuje vo svojom špecifickom rozsahu hodnoty pH. Prvá reakcia však určuje rýchlosť celého procesu, ktorý bude v prvej aproximácii úmerný koncentrácii $[\text{H}^-]$ [13].

2.4. Depozičná aparátúra typu Kaufman

Aby sa zabránilo nabíjaniu hrotu vlákna v elektrónovom mikroskope, je potrebné naňho naniesť vodivú vrstvu kovu. Toto nanášanie prebieha na aparátúre Kaufmanovho typu. Aparátúra sa nachádza na Ústave fyzikálneho inžinierstva FSI VUT v Brne.

Naprášovanie tenkých vrstiev prebieha dvoma technológiami IBS (Ion Beam Sputtering) a IBAD (Ion Beam Assisted Deposition) [14]. V tejto práci je použitá technológia IBS. Ako zdroj iónov používa zariadenie argonový plyn, ktorý odprašuje atómy z terča. Odprašené atómy sú nasledne prichytené na substráte. Základom aparátúry Kaufman sú dva širokozväzkové zdroje Kaufmanovho typu, preto sa nazýva depozičná komora skrátené Kaufman. Schéma aparátúry je na obr. 2.8.

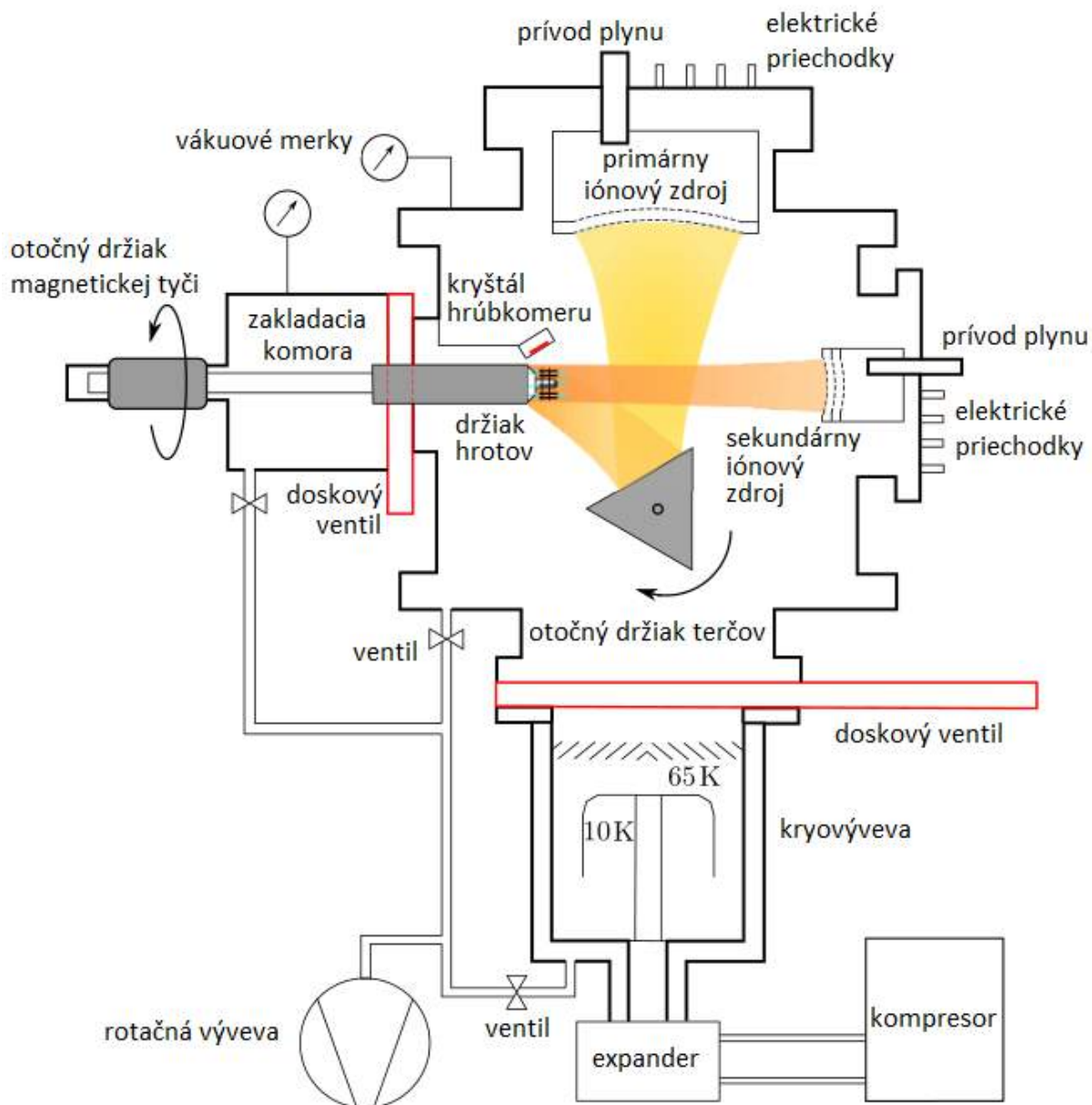
Primárny iónový zdroj sa nachádza vo výbojovej komore. Od vákuovej komory ho delia dve molybdenové mriežky. Tieniaca mriežka slúži k ohraničeniu plazmy, extrakčná mriežka extrahuje ióny do vákuovej komory. Pomocou týchto mriežok a v závislosti na nastavení napätia výbojovej komory je možné fokusovať ióny do zväzku s priemerom 80 až 160 mm. K depozícii kovu na vlákna bola energia primárneho zväzku nastavená na hodnotu 600 eV.

Vlákno si vyžaduje špeciálny držiak, ktorý bol vyrobený Ing. Zdeňkom Jakubom [15], pozri obr. 2.9. Pri depozícii kovu na vlákno je potrebné zaistiť rovnomerné nanášanie, to sa deje pomocou elektromotoru, ktorý točí magnetickou tyčou rýchlosťou cca 30 ot./min. Hrúbka nanesej vrstvy je detekovaná pomocou piezokeramického hrúbkomeru. Avšak na vlákno dopadajú atómy pod menším uhlom a navyše sa s vláknom neustále točí, preto môžeme predpokladať, že hodnota hrúbky nanesej vrstvy bude menšia ako hrúbka detekovaná hrúbkomerom, ktorý je umiestnený vedľa vlákna. To však pre účely tejto práce nie je podstatné, pretože vrstva slúži v prvom rade na odvod náboja v elektrónovom mikroskope (aby sa zredukoval drift elektrónového zväzku pri tvorbe nanoanténky technológiou FEBID).

2.5. Rastrovacia sondová mikroskopia

Princíp rastrovacej sondovej mikroskopie (SPM) spočíva v interakcii medzi hrotom sondy a povrchom vzorky. Pôvod tejto interakcie má na svedomí len niekoľko atómov na hrote sondy. Aby sme mohli využiť toto pôsobenie medzi hrotom a vzorkou, je potrebné, aby bol hrot sondy dostatočne ostrý (s vrcholovým rádiusom do 20 nm) a vzdialenosť medzi hrotom a povrchom vzorky bola veľmi malá (do 100 nm). Podľa typu použitej sondy (a v neposlednej rade aj podľa typu vzorky), môžeme meniť druh interakcie a teda aj

2.5. RASTROVACIA SONDOVÁ MIKROSKOPIA



Obr. 2.8: Schéma depozičnej aparatury Kaufman. Prevzaté a upravené z [15].

informáciu, ktorú zaznamenávame. Tým dostávame rôzne metódy SPM ako napr. AFM, MFM, SNOM [16].

Meranie prebieha v pevne zvolených bodoch, po ktorých sa sonda pohybuje, zaznamenáva signál, ktorý nasledne počítačovo spracuje a vytvorí obraz povrchu.

Rozlíšenie získaného obrazu v rovine vzorky závisí na veľkosti a ostrosti hrotu a taktiež na vzdialenosti bodov mriežky, v ktorých rastrujeme. Rozlíšenie v ose kolmej na vzorku závisí na mechanickej stabilite systému a citlivosti na pôsobiacu silu medzi hrotom a vzorkou. V neposlednej rade záleží rozlíšenie na zvolenej metóde SPM. Teoreticky najlepšie rozlíšenie, ktoré môžeme dosiahnuť, je v rade stotín nanometrov [17].

Okrem zobrazovacích účelov môžeme SPM mikroskopy používať aj pre účely modifikácie povrchov a k manipulácii s jednotlivými atómami. Okrem iného môžeme niektoré SPM kompaktných rozmerov zabudovať do systému elektrónového mikroskopu, ako napr. SPM mikroskop LiteScope [18].



Obr. 2.9: Valček, špeciálny držiak na uchytenie vlákien do aparatury Kaufman, prevzaté z [15].

Medzi základné metódy SPM patrí AFM a STM, všetky ostatné vznikajú modifikáciou alebo obmenou týchto dvoch. V tejto práci sa využíva metóda AFM, preto ju v ďalšom rozoberieme dôkladnejšie.

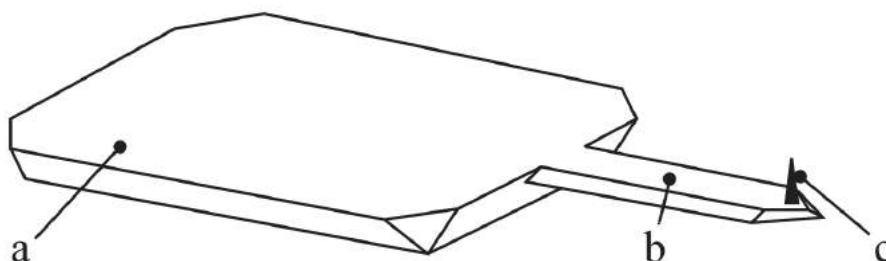
2.5.1. Mikroskopia atomárných síl

Mikroskopia atomárných síl (AFM) je jednou z najrozšírenejšou metódou SPM. Prvý AFM mikroskop bol vyvinutý v roku 1986 autormi Gerdom Binnigom, Calvinom F. Quateom a Christoph Gerberom [19].

Hlavnou výhodou metódy AFM oproti STM je možnosť používať aj iné, ako len vodivé vzorky. Vzorky môžu byť polovodivé, nevodivé. Môžu byť z rôzneho materiálu, napr. polymér, keramika, sklo, kompozit alebo sa môže jednať aj o biologické vzorky.

2.5.2. Princíp

Princíp AFM je založený na detekcii síl, ktoré pôsobia medzi ostrým hrotom sondy a povrchom vzorky. Pre meranie pôsobiacich síl sa najčastejšie používa sonda, ktorá sa skladá z kantileveru², na ktorom konci je ostrý hrot, pozri obr. 2.10. Hrot je privedený do kontaktu so vzorkou, poprípade do veľmi malej vzdialenosti od vzorky. Sila medzi hrotom a vzorkou (buď príťažlivá alebo odpudivá) spôsobuje prehyb kantileveru. Tieto odchýlky sú merané a pomocou počítača je zostavený výsledný obraz, ktorý je topografickým zobrazením povrchu vzorky. Okrem toho môže AFM merať aj ďalšie mechanické vlastnosti vzorky, ktoré nie sú inými metódami merateľné.

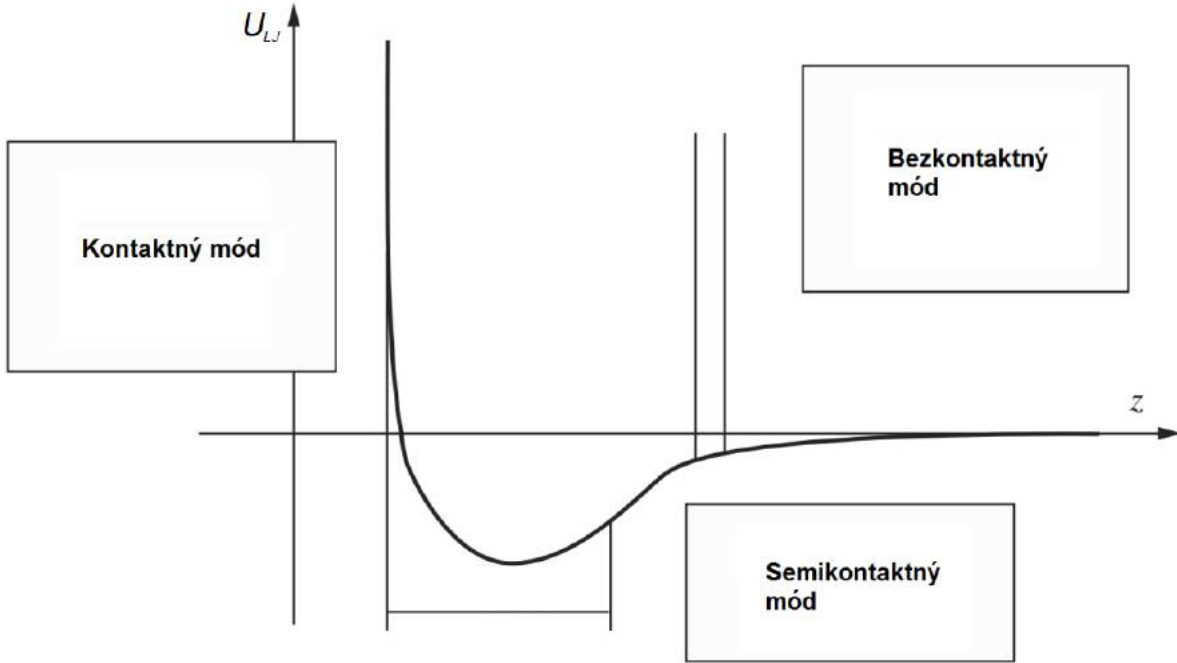


Obr. 2.10: AFM sonda, (a) nosný čip (kantilever), (c) hrot, prevzaté z [20].

²Kantilever je pružné ramienko s vlastnou tuhosťou a rezonančnou frekvenciou.

2.5. RASTROVACIA SONDOVÁ MIKROSKOPIA

K interakcii medzi hrotom a vzorkou prispieva veľká škála síl. Medzi príťažlivé zaraďujeme sily pôvodu elektrostatického či magnetického, sily chemických a fyzikálnych väzieb, napr. van der Waalsovu silu. V neposlednom rade sa pri hydrofilných vzorkách prejavujú aj kapilárne sily. Za odpudivú silu je zodpovedný Pauliho vylučovací princíp. Celková interakcia sa dá veľmi dobre kvalitatívne opísať použitím interakcie medzi dvoma atómami, ktorých priebeh sa dá aproximovať Lenard-Jonesovým potenciálom [21], pozri obr. 2.11.



Obr. 2.11: Priebeh Lenard-Jonesovho potenciálu, prevzaté a upravené z [22].

Lenard-Jonesov potenciál je daný celkovou potenciálnou energiou odpudivej a príťažlivej van der Waalsovej sily:

$$U_{LJ} = 4\varepsilon \left[\left(\frac{\sigma}{z} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{z} \right)^6 \right], \quad (2.3)$$

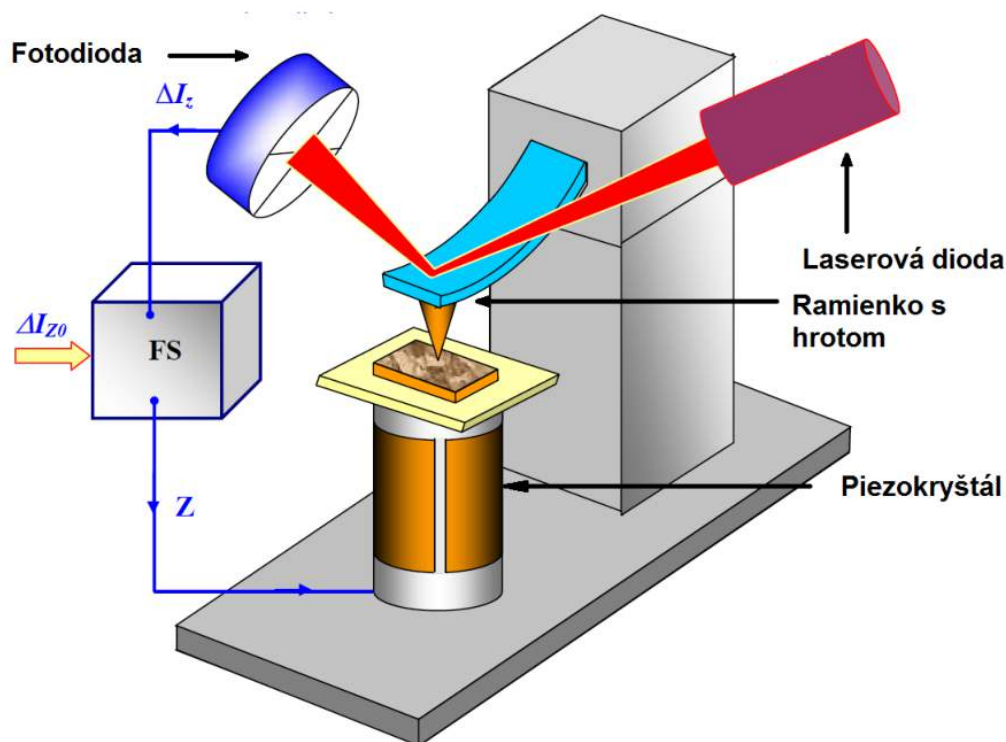
kde ε je minimálna potenciálna energia (miesto s nulovou pôsobiacou silou), σ je vzdialenosť medzi atómami hrotu a vzorky, v ktorej je potenciálna energia nulová, a z je vzdialenosť medzi atómami hrotu a vzorky.

Súvislosť medzi Lenard-Jonesovým potenciálom a silou ja nasledovná:

$$F_{LJ} = -\frac{dU_{LJ}}{dz} = 24\varepsilon \left[\left(\frac{2\sigma^{12}}{z^{13}} \right) - \left(\frac{\sigma^6}{z^7} \right) \right]. \quad (2.4)$$

Prvý člen v rovnici (2.3) popisuje krátko dosahové odpudivé pôsobenie, ktoré má súvis s Pauliho vylučovacím princípom, zatiaľ čo druhý člen v rovnici popisuje ďaleko dosahové príťažlivé pôsobenie medzi atómami hrotu a vzorky, spôsobené dipól-dipólovou interakciou (van der Waalsova sila).

Experimentálna zostava mikroskopu atomárnych síl je znázornená na obr. 2.12. Schéma ukazuje AFM mikroskop, ktorý rastruje vzorkou a ohyb kantileveru je meraný pomocou laserového zväzku. Vzorka je umiestnená na piezoelektrickom kryštáli, ktorý sa deformuje privedením elektrického napätia, čo umožňuje meniť polohu hrotu voči vzorke, a tým



Obr. 2.12: Schéma AFM mikroskopu, prevzaté a upravené z [23].

vlastne rastovať vzorku. Miera interakcie, teda silového pôsobenia medzi hrotom a vzorkou, spôsobuje ohyb kantileveru z jeho rovnovážnej polohy, a tieto ohyby sú detekované laserom. Pomocou zrkadlovej vrstvy, ktorá sa nachádza na zadnej strane kantileveru, sa laserový zväzok odráža na štvorsegmentovanú fotodiódu. Zo zmien elektrického signálu, detekovaného na fotodióde, vieme určiť ohyb kantileveru. Tento signál je využitý pomocou spätnej väzby k zmene silového pôsobenia medzi hrotom a vzorkou (inak povedané ich vzdialenosti) tak, aby kantilever mal konštantnú výchylku. V tomto prípade sa meranie odohráva v móde konštantnej výšky (udržiava sa konštantná vzdialenosť medzi hrotom a vzorkou). Okrem tohto módu existuje aj mód konštantnej sily, ale ten nemá tak vysoké rozlíšenie, skôr sa používa na rýchle zmapovanie vzorky. V tomto móde sa nastaví výchylka kantileveru a počas rastrovania sa už nemení.

2.5.3. Zobrazovacie módy

Na obr. 2.11 je vyobrazený priebeh Lenard-Jonesovho potenciálu. V závislosti na nastavenej vzdialenosti medzi hrotom a vzorkou rozlišujeme tri módy merania v AFM mikroskopii: kontaktný, bezkontaktný a semikontaktný mód merania.

Kontaktný mód

V tomto móde je hrot kantileveru v kontakte so vzorkou, kde sa udržiava odpudivá interakcia a veľkosť pôsobiacej sily sa pohybuje v rozmedzí cca 10^{-8} N až 10^{-6} N. Kontaktný mód môžeme rozdeliť na meranie s konštantnou vzdialenosťou a meranie s konštantnou silou. Tento mód je najstarším módom AFM mikroskopie.

V meraní s konštantnou výškou sa nastaví vzdialenosť medzi hrotom kantileveru a vzorkou, ktorá sa počas celého merania nemení. Počas sondovania zaznamenávame pre-

2.5. RASTROVACIA SONDOVÁ MIKROSKOPIA

hnutie kantileveru, čo poskytuje informácie o topografii vzorky. Táto metóda sa najčastejšie používa pri atomárne rovinných povrchoch, kde sú pôsobiace sily relatívne malé a teda tomu aj odpovedajúce prehnutie kantileveru. Pretože je vypnutá spätná väzba, meranie prebieha rýchlo, no na druhej strane je tu vyššia možnosť poškodenia hrotu alebo samotnej vzorky.

Meranie s konštantnou silou využíva spätnú väzbu k udržiavaniu stáleho prehybu kantileveru, preto ten názov. Počas merania sa mení vzdialenosť medzi hrotom a vzorkou tak, aby bola pôsobiaca sila na kantilever konštantná, a teda aj jeho prehnutie. Zaznamenáva sa výchylka skeneru, ktorá poskytuje informáciu o topografii vzorky. Rýchlosť sondovania je limitovaná rýchlosťou spätnej väzby. Výhoda tejto metódy spočíva v možnosti merať aj iné mechanické charakteristiky vzorky, ako napr. trecie sily. Trecie sily môžu spôsobiť torzné vychýlenie kantileveru a tak horizontálnu odchýlku laserového zväzku, čím dostávame metódu mikroskopie laterálnych síl (LFM).

Bezkontaktný mód

V tomto móde sa hrot kantileveru nedotýka vzorky, ale je rozkmitaný v oblasti príťažlivých síl v relatívne veľkej vzdialenosti nad povrchom vzorky [23]. Amplitúda kmitania sa pohybuje v rozmedzí 1 až 10 nm [24]. Aj v tomto móde môžeme merať dvomi metódami, s konštantnou výškou a s konštantnou silou. V priebehu merania sa zaznamenávajú informácie o amplitúde kmitania kantileveru, prípadne zmenu rezonančnej frekvencie alebo fázy. Tieto informácie sa v metóde s konštantnou silou používajú ako vstup do spätnej väzby, ktorá udržiava amplitúdu, prípadne rezonančnú frekvenciu alebo fázu konštantnú. Zaznamenané údaje sa použijú k rekonštrukcii povrchu vzorky. V metóde konštantnej výšky sa nastaví vzdialenosť medzi kantileverom a vzorkou a počas merania sa zaznamenáva informácia o zmene amplitúdy, frekvencie alebo fázy. Výhodou je veľká citlivosť aj na malé pôsobiace sily (rádovo 10^{-12} N). Životnosť hrotu je vyššia a riziko zničenia vzorky menšie. Pretože sa hrot nedotýka vzorky, môžu sa merať aj mäkké vzorky. Nevýhodou tohto módu je pomerne vysoká požiadavka na čistotu vzorky, preto sa najväčšie uplatnenie nájde v prostredí ultra vysokého vákua. Na vzduchu sa môže pokryť vzorka vrstvou vody, ktorou hrot v bezkontaktnom režime nepreniká a tak je meraná topografia vodnej vrstvy. V kontaktnom móde tento problém nie je taký závažný. Keďže oscilácie ramienka s hrotom prebiehajú v relatívne veľkej vzdialenosti od povrchu, nie je možné dosiahnuť také rozlíšenie topografie substrátu ako pri módoch s malou vzdialenosťou hrotu od vzorky. Tento mód je však výhodný pre merania ďaleko dosahových magnetických alebo elektrických síl, s použitím vodivých alebo feromagnetických sond [25].

Semikontaktný mód

Amplitúda kmitania kantileveru na svojej rezonančnej frekvencii v semikontaktnom móde, inak nazývanom pokleповý mód, sa pohybuje v rozmedzí od 10 nm do 100 nm [23]. Hrot kantileveru je v takej vzdialenosti od vzorky, aby po jej povrchu jemne poklepal. V priebehu oscilovania tak sonda prechádza medzi oblasťou príťažlivých síl a oblasťou odpudivých síl, a tým dokáže snímať vo veľkom rozlíšení. Čas kontaktu so vzorkou je veľmi krátky, takže nedochádza k vzniku laterálnych síl, a teda nedochádza ani k poškodeniu vzorky, čo je vhodné pre mäkké vzorky [25], ako napríklad biologické bunky, alebo všeobecne, vzorky náchylné k poškodeniu. Opäť sú 2 metódy merania, ktoré fungujú na

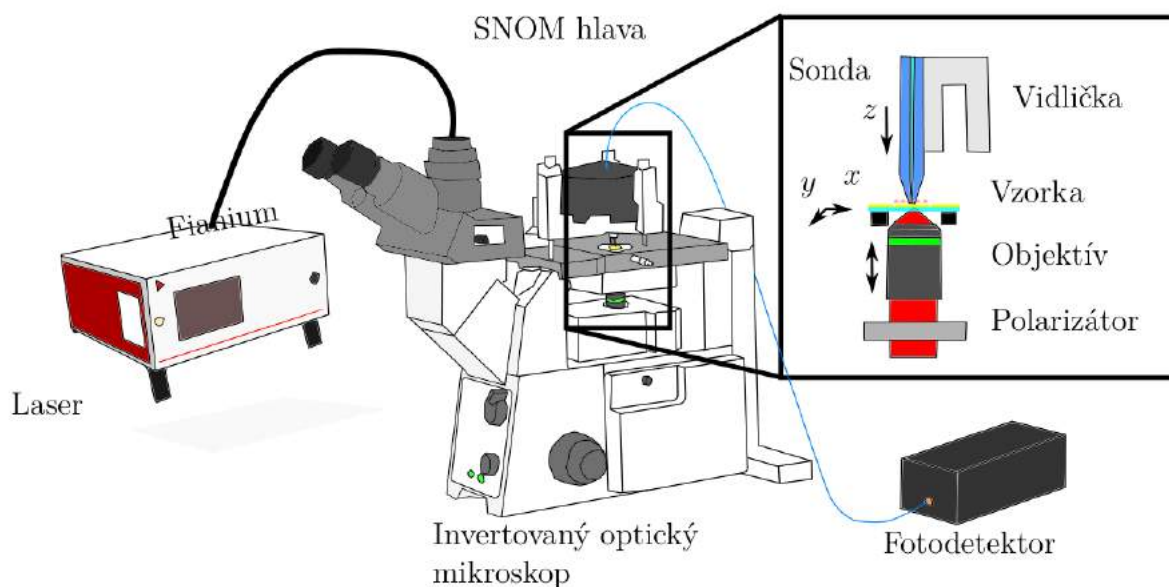
rovnakých princípoch ako v predchádzajúcom. V metóde konštantnej sily spätná väzba udržiava amplitúdu kmitania alebo frekvenciu oscilovania sondy. V metóde konštantnej výšky si nastavíme výšku a počas merania zbierame informácie o zmenách amplitúdy kmitov alebo frekvenciách sondy. Testovanie upravených vlákien prebiehalo práve v tejto metóde merania.

2.5.4. Použité AFM mikroskopy

V tejto časti popíšeme AFM mikroskopy, ktoré sme použili na meranie topografie s optickým vláknom.

NT-MTD NTegra Solaris

Meranie spočiatku prebiehalo na SNOM mikroskope NT-MDT NTegra Solaris, na ktorom sme merali topografiu (teda mikroskop fungoval v režime AFM) s dutým vláknom. Schéma mikroskopu je na obrázku 2.13. Rastrovanie prebieha hlavou, rastruje sa teda hrotom, poloha vzorky je pevná.

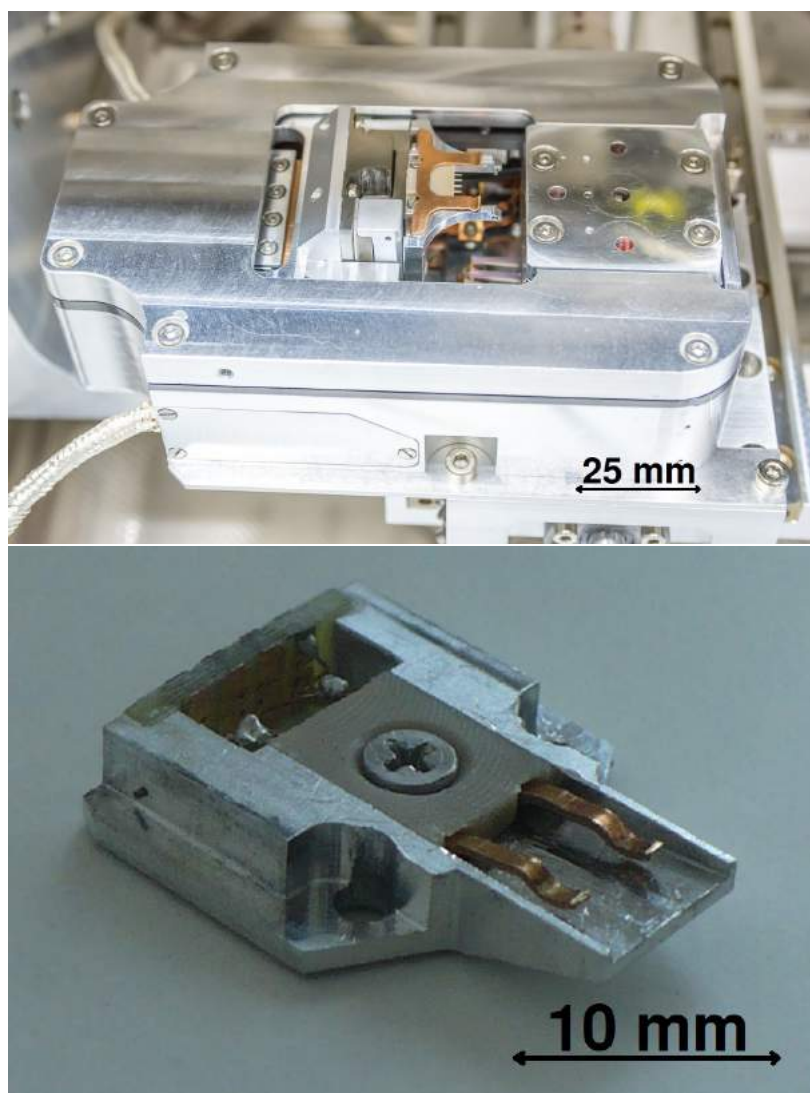


Obr. 2.13: Schéma SNOM mikroskopu NT-MDT NTegra Solaris, ktorý sa nachádza na Ústave fyzikálneho inžinierstva, prevzaté a upravené z [2].

NenoVision LiteScope

Rastrovací sondový mikroskop NenoVision LiteScope, ktorý vyvíja firma NenoVision [18], je riešenie, ktorého primárnym účelom je rozšírenie možností elektrónovej mikroskopie. V porovnaní s NT-MDT NTegra Solaris sa rastruje skenerom (teda vzorkou) a na určenie prehybu kantileveru nie je potrebný laser, sondy ktoré mikroskop používa, sú samosnímacie. Tieto sondy môžu fungovať napríklad na princípe merania prúdu alebo odporu, ktorý sa mení v závislosti na vzdialenosti hrotu sondy od povrchu vzorky. Na uchytenie sond sa používa držiak, ktorý má medené pliesky na uchytenie doštičky. Doštička je nakontakovaná a obsahuje samotnú sondu.

2.5. RASTROVACIA SONDOVÁ MIKROSKOPIA



Obr. 2.14: Hore, pohľad na SPM mikroskop NenoVision LiteScope, ktorý je umiestnený na posuvnom stolčeku SEM mikroskopu. Dole, záber na držiak sond.

V tejto práci mikroskop slúži na meranie topografie použitím sondy z optického vlákna.

3. Praktická časť

V praktickej časti tejto bakalárskej práce sa zaoberáme úpravou dutého optického vlákna, ktorá pozostáva z niekoľkých krokov, využívajúc metódy, ktoré boli opísané v teoretickej časti. Okrem dutého vlákna používame aj vlákno s plným jadrom, pretože je lacnejšie a niektoré kroky sa dajú natrénovať tak, aby sme ich vedeli zopakovať na dutom vlákne a s minimálnym rizikom poškodenia vlákna.

Aplikácie, v ktorých chceme vlákno používať, kladú predbežné požiadavky na jeho vlastnosti, ktoré sú zhrnuté v nasledujúcom zozname:

- Vlákno musí prepúšťať plyn (GIS).
- Vlákno musí byť mechanicky odolné (SPM).
- Vlákno musí prepúšťať svetlo (SNOM).
- Vlákno musí mať skosenie špičky (SPM).
- Vlákno musí byť schopné prijať nanoanténky (SPM).

A tu je zoznam krokov, nutných k výrobe vlákna s týmito hore spomínanými špeciálnymi vlastnosťami:

- Vyleptanie plášťa SiO_2 na rozmery mikroštruktúrovanej oblasti v kyseline fluórovodíkovej (časť 3.1).
- Opracovanie konca vlákna do špičky v tvare ihlanu fokusovaným iónovým zväzkom (časť 3.2).
- Nadeponovanie wolfrámového nanodrátku na špičku vlákna pomocou techniky FE-BID (časť 3.4).

V ďalších častiach tejto kapitoly vyložím úspechy a neúspechy tohoto experimentovania.

3.1. Leptanie optického vlákna kyselinou fluórovodíkovou

Prvý krok spočíva vo vyleptaní značne hrubého plášťa (SiO_2) z pôvodného priemeru ($81 \mu\text{m} \pm 5 \mu\text{m}$) na priemer mikroštruktúrovanej oblasti ($\sim 23 \mu\text{m}$), ktoré prebiehalo na Ústave fyzikálneho inžinierstva. Význam tohoto kroku spočíva v dvoch motívoch. V prvom rade dôjde k výraznému skráteniu času potrebného k iónovému leptaniu a v druhom rade dôjde k značnému úbytku objemu plášťa z okolia mikroštruktúrovanej oblasti, ktoré tvorí súčasť hrotu sondy do SPM mikroskopie, kde potrebujeme, aby bol hrot čo najmenší. Na druhej strane nesmie byť vyleptaný objem príliš veľký, kvôli zníženej mechanickej odolnosti.

Vynájst spôsob ako leptať vlákno účinne a bezpečne je nevyhnutným krokom tejto práce. Mikroštruktúrovaná oblasť sa nesmie dostať do kontaktu s kyselinou, pretože ju

3.1. LEPTANIE OPTICKÉHO VLÁKNA KYSELINOU FLUÓROVODÍKOVOU

vyleptá. K tomu môže dôjsť preleptaním plášťa (SiO_2), čo predstavuje problém, ktorý je riešiteľný vhodným nastavením času leptania. Ďalšie komplikácie spôsobuje vnik kyseliny do mikroštruktúrovanej oblasti kapilárnymi silami po povrchu plášťa (resp. obalu) alebo kyselinovými výparmi¹.

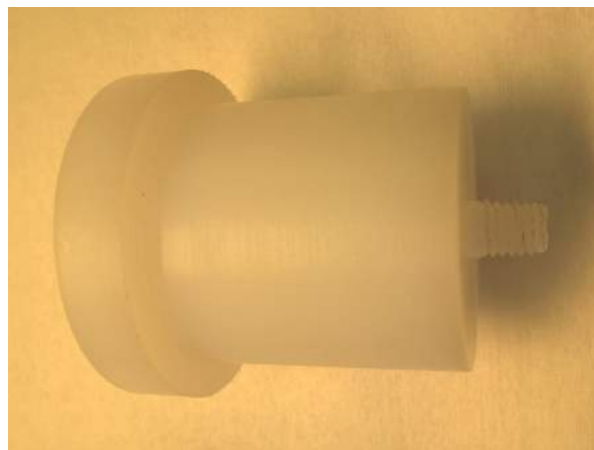
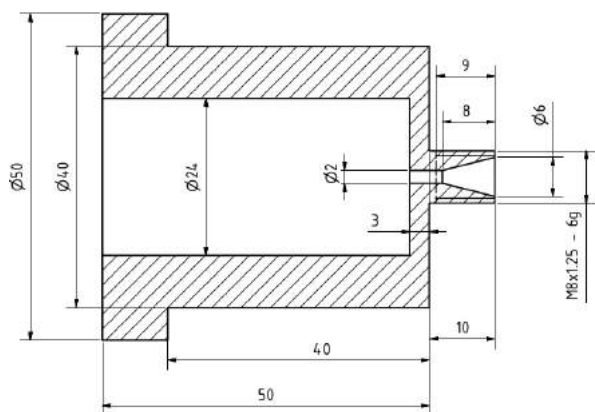
V. Hertl riešil vnik HF do mikroštruktúrovanej oblasti zalepením konca vlákna PMMA [2]. Tento spôsob sa osvedčil. Avšak jeho nedostatkom bolo, že aj po dôkladnom odstránení lepidla sa jeho zvyšky mohli vyskytovať na vlákne. Preto sme sa rozhodli, že tento spôsob, ktorý využíva lepidlo, obídeme.

Bolo navrhnutých niekoľko riešení ako leptať vlákno bez použitia lepidla. Bolo potrebné zohľadniť najmä dva faktory, bezpečnosť leptania a jeho efektívnosť. Z navrhnutých riešení sme sa rozhodli pre výrobu špeciálnej kadičky z tvrdého polyetylénu, pozri obr. 3.2. Pri jej návrhu sme vychádzali z už vyrobených dvoch súčiastok: Držiaku na teflonovú kadičku (tento držiak s namontovanou kadičkou je na obr. 3.1), kde sa leptajú Turnero-vou metódou vlákna s plným jadrom [26], a teflonového poistného krúžku, ktorý navrhol Bc. V. Slabý [27]. Starý teflonový krúžok bol však značne zdeformovaný, čo sme si pri navrhovaní nevšimli a keďže bol dostupný iba jeden, vyrobili sme si nový a s novým, me-nším rozmerom priemeru dierky pre vlákno, ktorý bol zbytočne veľký. Priemer dierky bol 0,6 mm v porovnaní s priemerom vlákna 240 μm , pozri obr. 3.3.

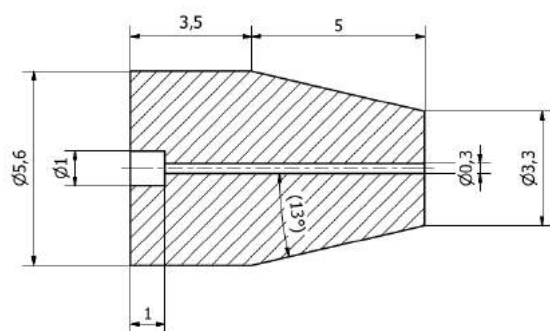


Obr. 3.1: Kadička s vláknom na stojane, pripravená na leptanie.

¹Teplota varu kyseliny fluórovodíkovej je 19,5 °C.



Obr. 3.2: Výkres kadičky s priloženou fotkou. Kóty v mm.

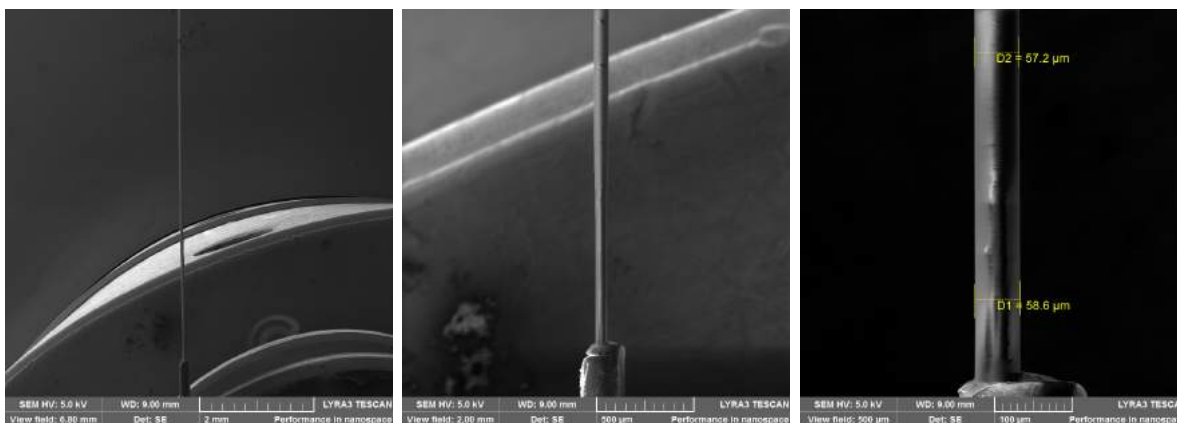


Obr. 3.3: Výkres telonového krúžku s priloženou fotkou. Kóty v mm.

Pri prvom leptaní sme vychádzali z času, ktorý použil V. Hertl vo svojej práci: leptal 34 min v 40% kyseline fluórovodíkovej [2]. Samotná znalosť času sa však ukázala byť nedostatočnou pre zopakovanie výsledku, čo nám potvrdil aj neúspech nášho prvého pokusu, kedy sa podarilo vyleptať plášť iba na priemer zhruba $58\text{ }\mu\text{m}$. Takto rozdielny výsledok môže mať dôvod v podmienkach, v ktorých prebiehalo leptanie. Podmienkami sa myslí množstvo leptaného materiálu, objem a sila použitej kyseliny a v neposlednom rade vlhkosť vzduchu, teplota a tlak, avšak tieto sa ťažko replikujú. Preto sme sa rozhodli, že leptanie čo najviac zadefinujeme. V prvom pokuse sme zadefinovali geometrické usporiadanie. Vlákno aj s obalom trčalo zhruba 2 cm nad hladinou kyseliny, a obnažená časť plášťa mala dĺžku zhruba 1 mm. Na takýto postup existovali 2 dôvody, možnosť získať dve sondy (jedna z nich, vrchná časť vlákna, by bola pochopiteľne použiteľná iba ako AFM sonda) a menšia pravdepodobnosť zlomenia hrotu. Tento postup sa osvedčil iba z polovice, ako ochrana pred poškodením funguje dobre, avšak pri vyberaní tesnenia sa z vrchnej časti vlákna strhne obal a tým je vlastne táto časť nepoužiteľná. Pri leptaní sme sa snažili doceliť dĺžku hrotu do 2 mm, kvôli zvýšeniu životnosti (pozri časť 3.3).

V 1. pokuse sa leptalo v 40% HF a v objeme 1 ml po dobu 34 min a podarilo sa vyleptať plášť na priemer cca $58\text{ }\mu\text{m}$, pozri obr. 3.4.

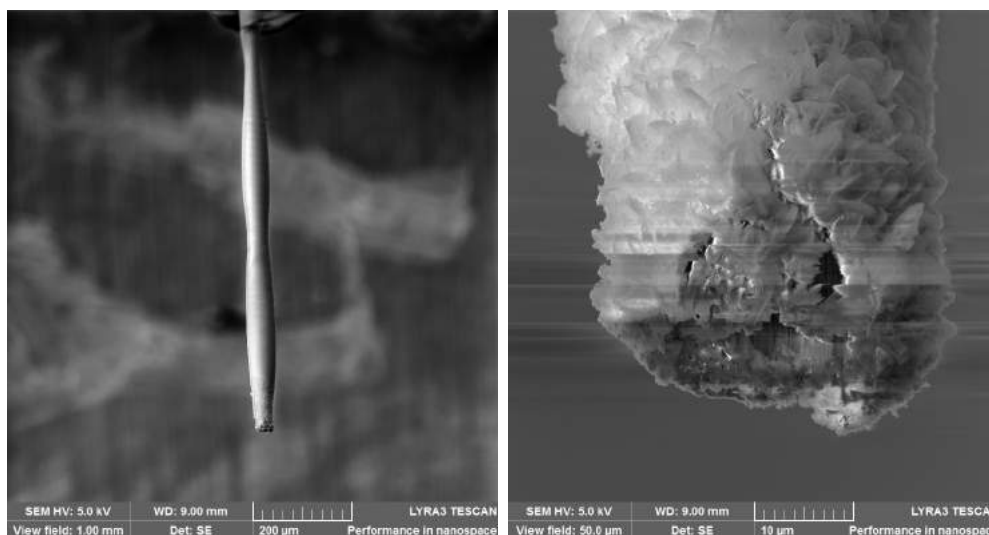
3.1. LEPTANIE OPTICKÉHO VLÁKNA KYSELINOU FLUÓROVODÍKOVOU



Obr. 3.4: Prvé leptanie HF. Dĺžka hrotu (plášťa dutého vlákna z SiO_2) bola 2 cm (na obrázku nie je vidieť). Mikroštruktúrovaná oblasť sa nepodleptala. Plášť vyleptaný na priemer cca $58\text{ }\mu\text{m}$. Na strednom obrázku je dobre vidieť časť plášťa, ktorá bola obnažená, je viac vyleptaná (asi 1 mm). V spodnej časti je vidieť obal z akrylátu. Obrázky zo SEM, mikroskop TESCAN LYRA3.

Z leptacieho času a objemu vyleptanej oblasti² z 1. pokusu sme v 2. pokuse určili nový čas leptania, a to 64 min (dvojnásobný čas). Pretože sme použili rovnaký roztok HF (HF leptaním degeneruje), leptací čas sme navýšili na 102 min (trojnásobný čas). Toto navýšenie času sa ukázal ako krok nesprávnym smerom. Vyleptaný plášť vlákna sa pri vyťahovaní z teflonového krúžku zlomil z pôvodnej dĺžky 2 cm na 1,5 mm. Rozbor výsledku druhého pokusu na SEM (pozri obr. 3.5) ukázal najmä dve skutočnosti:

- 1) Hrot v mieste lomu ukazuje podleptanie mikroštruktúrovanej oblasti.
- 1) Hrot je vyleptaný do zvlneného tvaru, ktorého priemer kolísal od 30 do $70\text{ }\mu\text{m}$.



Obr. 3.5: Druhé leptanie s nežiaducim leptaním plášťa (SiO_2). Náklon vlákna je 55° , dĺžka hrotu (ulomeného) je zhruba 1,5 mm. Obrázky zo SEM, mikroskop TESCAN LYRA3.

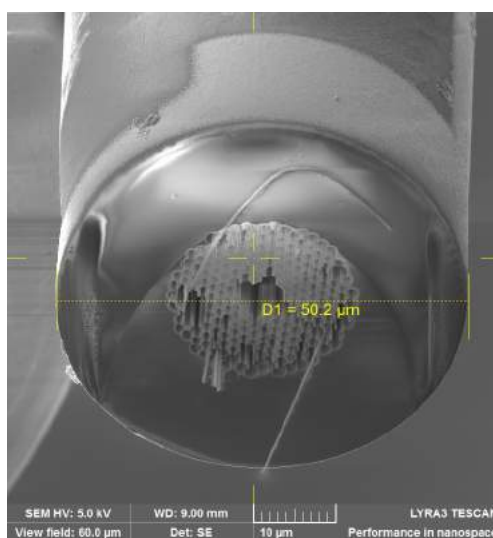
²Tento objem sa počítal porovnaním kvadrátu priemeru plášťa, mikroštruktúrovanej oblasti a priemeru, na ktorý sme vyleptali vlákno v 1. pokuse.

Ad 1.) Miesto lomu sa nachádza nad oblasťou obnaženej časti plášťa. Počas leptania dochádza k spínaniu HF po povrchu plášťa (pravdepodobne aj po obale). Takto sa leptá aj neobnažená časť vlákna (v oboch smeroch). Toto podleptanie v mieste lomu pravdepodobne vzniklo preleptaním plášťa z dôvodu príliš dlhého leptania. Preleptanie plášťa (a následné preleptanie mikroštruktúrovanej oblasti) spôsobilo narušenie mechanickej stability plášťa, ktoré viedlo k lomu. Očakávali by sme však, že by k preleptaniu a lomu došlo v obnaženej časti.

Ad 2.) Pre tento jav sme nenašli vysvetlenie. V ďalších pokusoch sa neopakoval.

Okrem iného treba pri leptaní HF zobrať do úvahy rozdielne rýchlosti leptania v oblasti s odstraneným obalom a mimo túto oblasť, už spomínanú spínavosť HF a leptanie výparmi. Aby sme čo najviac obmedzili dopad týchto úkazov (ktoré sú pomerne nepredvídateľné), a tým leptanie ešte viac zadefinovali, je v pláne skúsiť dve vylepšenia súčasnej aparatury na leptanie HF. Za prvé by sa do vlákna priviedol plyn, ktorý by obmedzil spínavosť a vznik výparov do mikroštruktúrovanej oblasti. Za druhé by sme vylepšili kadičku pridaním krytu s gumovým tesnením, ktorý by zabránil vniku kyseliny do mikroštruktúrovanej oblasti.

V 3. pokuse sme pripravili nový roztok HF (na každé nasledujúce leptanie budeme používať nový roztok) a leptací čas bol rovnaký ako v 1. pokuse, 34 min. Plášť sa vyleptal na priemer zhruba $50\text{ }\mu\text{m}$, pozri obr. 3.6).

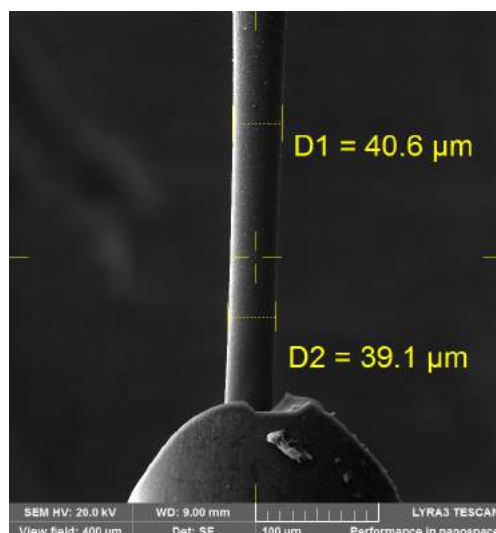


Obr. 3.6: Tretie leptanie. Pohľad na mikroštruktúrovanú oblasť. Obrázok zo SEM, mikroskop TESCAN LYRA3.

Opäť, na základe porovnaní objemov, sme odhadli čas pre vyleptanie na mikroštruktúrovanú oblasť. V 4. pokuse sme leptali 50 min a dostali sme sa na priemer zhruba $40\text{ }\mu\text{m}$, pozri obr. 3.7.

S mnohými pokusmi ako vyleptať vlákno správne, sa v podstate testovala funkčnosť kadičky, a okrem iného to viedlo k skráteniu vlákna na dĺžku nedostatočnú pre testovanie so zavedením svetla a plynu. Aby sme mohli vykonať aj tieto experimenty, zaviedli sme vlákno nové, dlhé 95 cm a leptanie sme opakovali ako pri 4. pokuse (v tom čase sme ešte neuvažovali o vylepšeniach kadičky, ktoré by viedli k obmedzeniu nežiaducich úkazov). Výsledok bol o niečo horší, výsledný priemer bol zhruba $45\text{ }\mu\text{m}$, z časových dôvodov sme

3.2. ÚPRAVA VYLEPTANÉHO DUTÉHO VLÁKNA DO ŠPIČKY



Obr. 3.7: Štvrté leptanie. Pohľad na plášť krátkeho dutého vlákna z SiO_2 zleptaný kyselinou HF z $81 \mu\text{m}$ na priemer $40 \mu\text{m}$. Obrázok zo SEM, mikroskop TESCAN LYRA3.

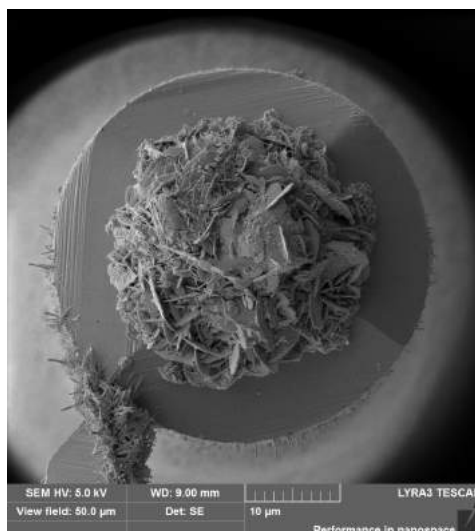
však ďalej pracovali s týmto vláknom. Týmito výsledkami sa potvrdilo, že časť úpravy vlákna kyselinou fluórovodíkovou je komplikovanejšia a do budúcnosti sa na toto treba viac zamerať.

V závere tejto časti treba poznamenať, že sa vlákno pri vyťahovaní z teflonového tesnenia zlomilo v pokusoch č. 4 a 5 (čas leptania 50 min). Pravdepodobne je tento čas stále príliš dlhý a dochádza k neželanému preleptaniu plášťa. Hrot sa zlomil na dĺžku zhruba 1 až 2 mm , teda na hranici obnaženej oblasti. Tento jav máme v pláne odstrániť, aby na tejto oblasti nedochádzalo k podleptaniu mikroštruktúrovanej oblasti v dôsledku vzniku HF prostredníctvom tohoto lomu. Ďalším krokom úpravy vlákna je leptanie špičky hrotu vlákna fokusovaným iónovým zväzkom do tvaru ihlanu.

3.2. Úprava vyleptaného dutého vlákna do špičky

Po úspešnom vyleptaní vlákna nasleduje úprava jeho hrotu do špičky pomocou leptania fokusovaným iónovým zväzkom. Aby sa vlákno nenabíjalo, je pokovené v aparátúre typu Kaufman na Ústave fyzikálneho inžinierstva. Najskôr sa nanášala titanová adhézna vrstva s hrúbkou 3 nm , na ktorú sa deponovalo 200 nm zlatej vodivej vrstvy. Pri tomto kroku bolo treba dávať pozor pri zakladaní vlákna do zakladacej komory aparátúry, ktorej rozmery nie sú úplne dostatočné na bezpečnú manipuláciu s vláknami. S vláknami sa dá veľmi ľahko naraziť do ventilu zakladacej komory. Na krátkom vlákne sa po deponovaní na Kaufmanovi objavila na špičke nečistota, ktorá mohla byť hlboko $5 \mu\text{m}$ až $10 \mu\text{m}$. Pohľad na nečistotu je na obr. 3.8. Podľa jej hĺbky a ťažkostí, s akými sa leptala iónovým zväzkom, odhadujeme, že k nabraniu nečistoty došlo práve narázaním vlákna do ventilu v zakladacej komore aparátúry Kaufman.

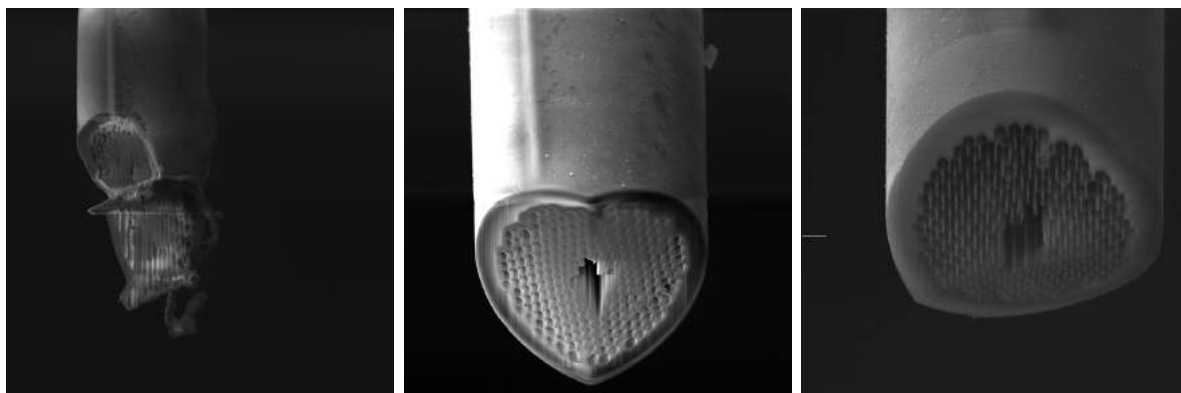
Keď je vlákno pokovené, je pripravené na leptanie fokusovaným iónovým zväzkom. Najprv sme pracovali s vláknom pripraveným V. Hertlom. Jeho vlákno bolo vyleptané, avšak po páde na zem sa rozbilo. Stačilo teda naňho nadeponovať vodivú vrstvu a vlákno bolo pripravené na FIB. Najskôr sme leptali do tvaru klinu, pretože sme nevedeli vlákno



Obr. 3.8: Pohľad zhora na krátke vlákno s nečistotou. Obrázok zo SEM, mikroskop TESCAN LYRA3.

upevniť tak, aby sme mohli leptáť aj zvyšnú časť, a tak vytvárať klin. S takýmto vláknom sme zmerali topografiu na prístroji NT-MDT NTegra Solaris (pozri časť 3.3).

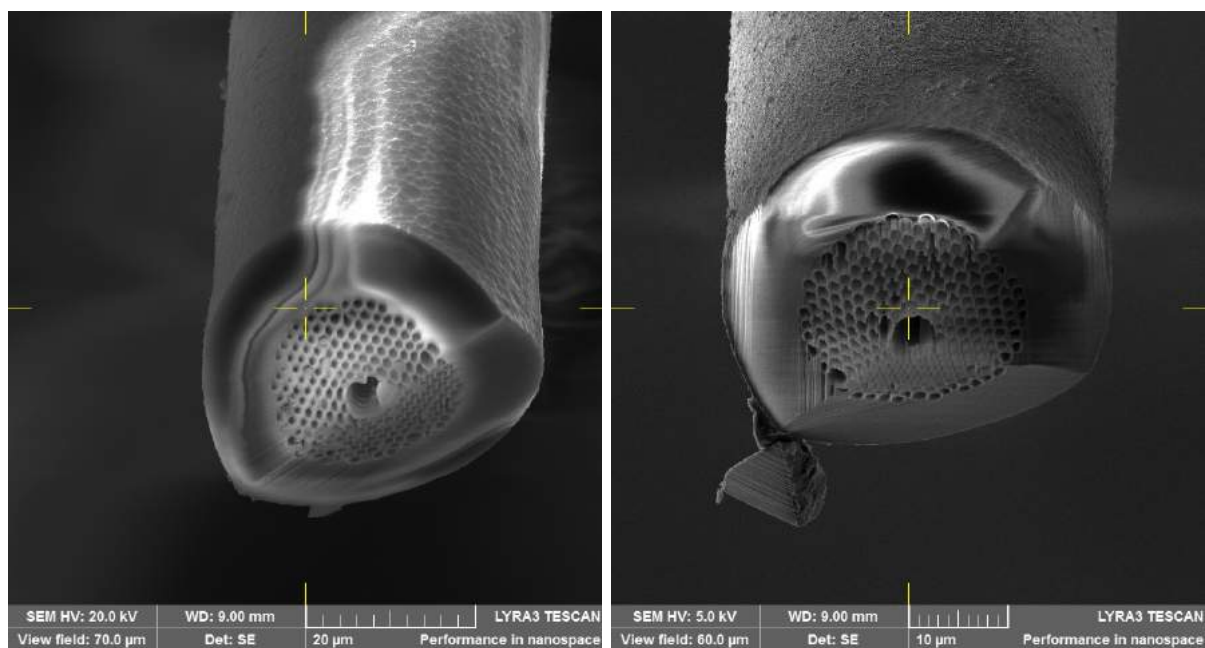
V ďalšom leptaní sme vlákno pripevnili na kocku, ktorá umožnila rotáciu vlákna o 90° a tým možnosť vlákno upraviť do tvaru ihlanu. Snímky, zachytávajúce iónový leptací proces, sú na obr. 3.9. Po tejto poslednej úprave sa opäť zmerala topografia na NT-MDT NTegra Solaris. Avšak v procese merania sa vlákno nenávratne poškodilo, čo viedlo k inicializácii prípravy nového vlákna.



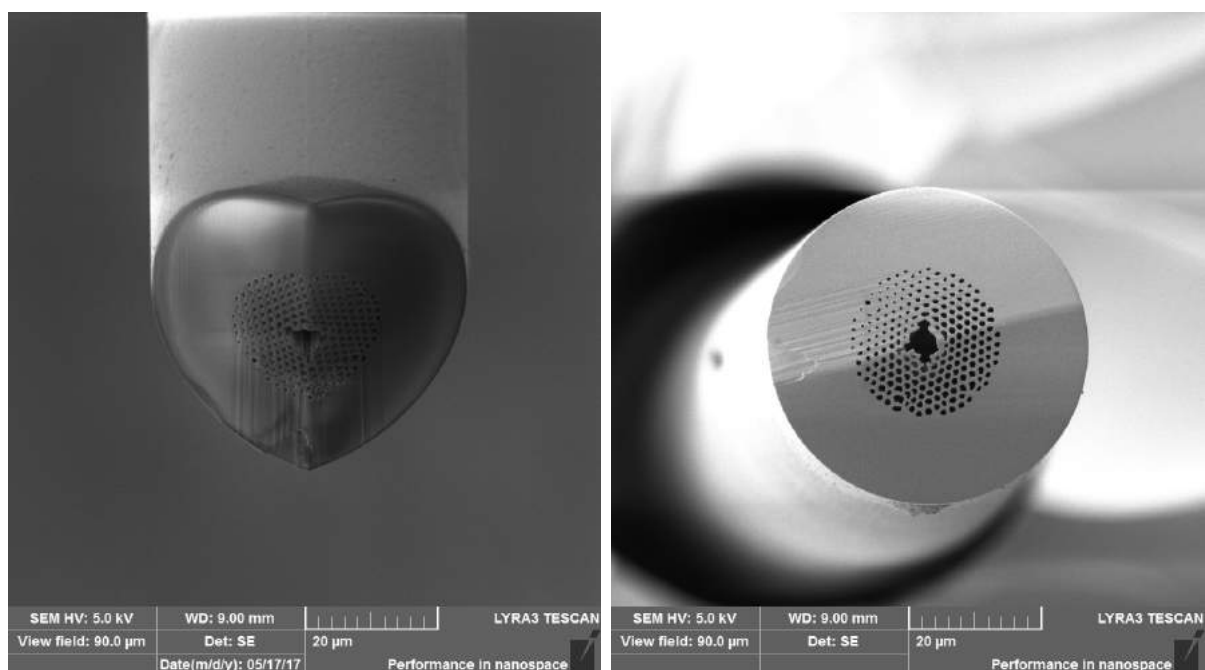
Obr. 3.9: Vľavo, pohľad na pôvodné rozbité vlákno. V strede pôvodné vlákno s novou vyrobenou špičkou v tvare klinu a vpravo už v tvare ihlanu. Obrázky zo SEM, mikroskop TESCAN LYRA3.

V ďalšom sme pracovali s dvomi vláknami, krátkym a dlhým. Hrot krátkeho vlákna sme upravili do tvaru ihlanu, pozri obr. 3.10, hrot dlhého vlákna do tvaru klinu, pozri obr. 3.11. Dlhé vlákno bolo vyleptané na väčší priemer, čo značne skomplikovalo iónové leptanie.

S pôvodným vláknom sa merala topografia dvakrát (NT-MDT NTegra Solaris). Na krátke vlákno sa deponovali nano anténky a následne sa vlákno nalepilo na piezo ladičku určenú pre AFM mikroskop NenoVision LiteScope, kde plánujeme merať topografiu. S dlhým vláknom sa bude testovať zavedenie svetla.



Obr. 3.10: Pohľad na krátke vlákno opracované do tvaru klinu, vľavo. A pohľad na krátke vlákno nasledne opracované do tvaru ihlanu, vpravo. Obrázky zo SEM, mikroskop TESCAN LYRA3.

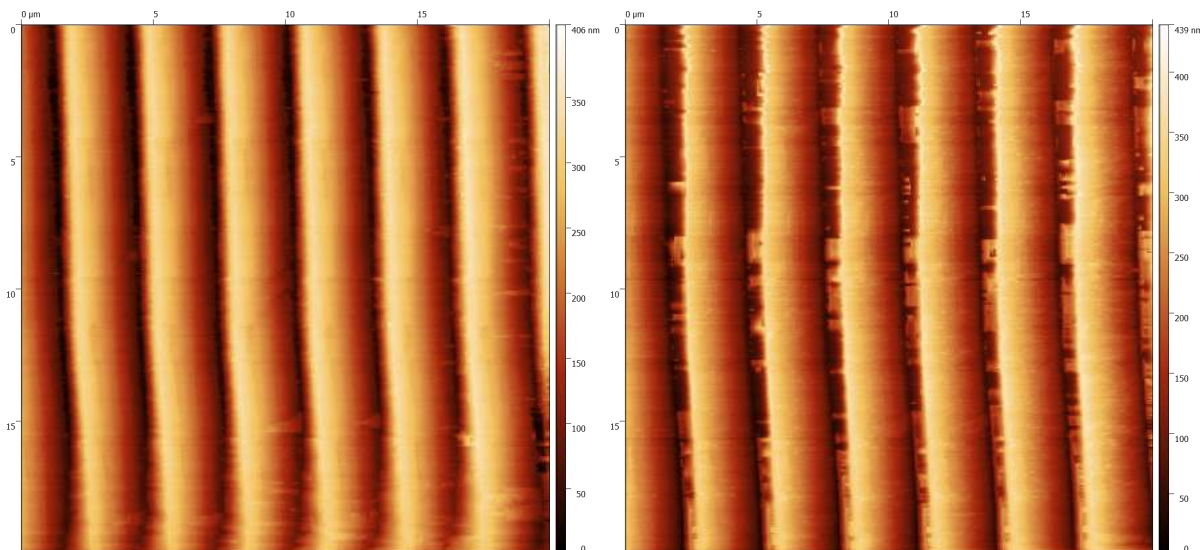


Obr. 3.11: Pohľad na dlhé vlákno so špičkou hrotu v tvare klinu zboku a zhora. Obrázky zo SEM, mikroskop TESCAN LYRA3.

3.3. Meranie topografie s pôvodným vláknom na prístroji NT-MDT NTegra Solaris

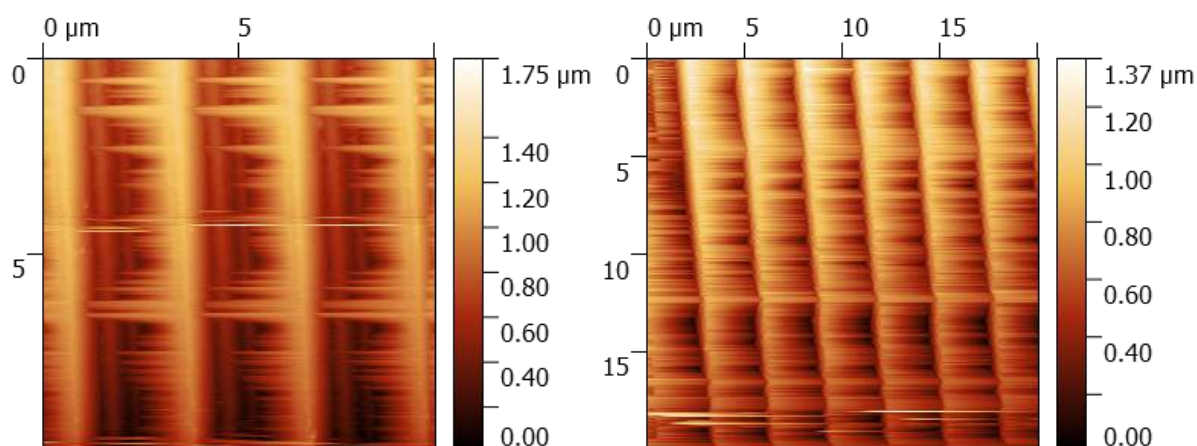
V tejto časti ukážeme výsledky merania topografie na SPM mikroskope NT-MDT NTegra Solaris, ktorý sa nachádza na Ústave fyzikálneho inžinierstva. Pri meraní asistoval. Ing. P. Dvořák. Postup inštalácie vlákna na mikroskop bol totožný, ako v práci V. Hertla [2].

V prvom meraní sa vlákno s novým vyrobeným hrotom v tvare klinu nalepilo na ladičku sekundovým lepidlom tak, že hrot trčal asi 1 mm. Lepidlo sa nechalo schnúť po dobu 5 minút a hneď nato sa úspešne zmerala topografia na kalibračnej vzorke, pozri obr. 3.12.



Obr. 3.12: Úspešne zmeraná topografia kalibračnej mriežky s pôvodným vláknom s novo pripraveným hrotom v tvare klinu. Na druhom obrázku je topografia meraná v opačnom smere.

V ďalšom meraní sa už meralo s vláknom s novým vyrobeným hrotom v tvare ihlanu. Lepidlo sa nechalo schnúť deň a merala sa topografia na rovnakej kalibračnej vzorke. Výsledok bol horší, prejavila sa konvolúcia hrotu, pozri obr. 3.13. Aj keď je hrot orezaný do tvaru ihlanu, nie nutne to znamená, že je vhodnejší ako SPM sonda. Hrot SPM sondy musí byť definovaného tvaru s malým polomerom krivosti [17]. To je jeden z dôvodov, prečo testujeme depozíciu nanoanténky na špičku hrotu.

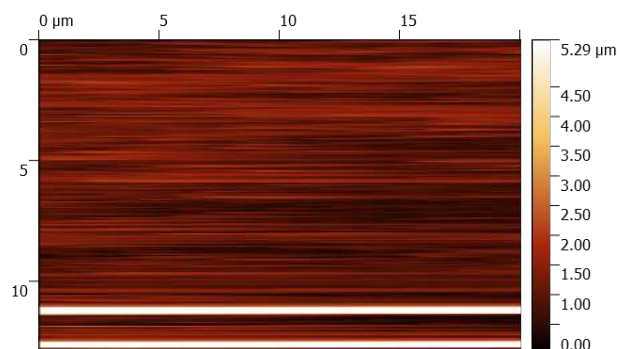


Obr. 3.13: Úspešne zmeraná topografia kalibračnej mriežky s pôvodným vláknom s novo pripraveným hrotom v tvare ihlanu. Prvé a druhé meranie.

Pri pokuse odmerať topografiu s lepším rozlíšením hrot stratil v priebehu merania kontakt so vzorkou, pozri obr. 3.14. Dôležitý bol výsledok merania, ktorý ukázal, že sa dá vlákno použiť ako SPM sonda. Rozhodli sme sa v meraní ďalej nepokračovať a vlákno ďalej upraviť na deponovanie nanoanténok. Vlákno sme potrebovali odlepiť od piezo ladičky, čo

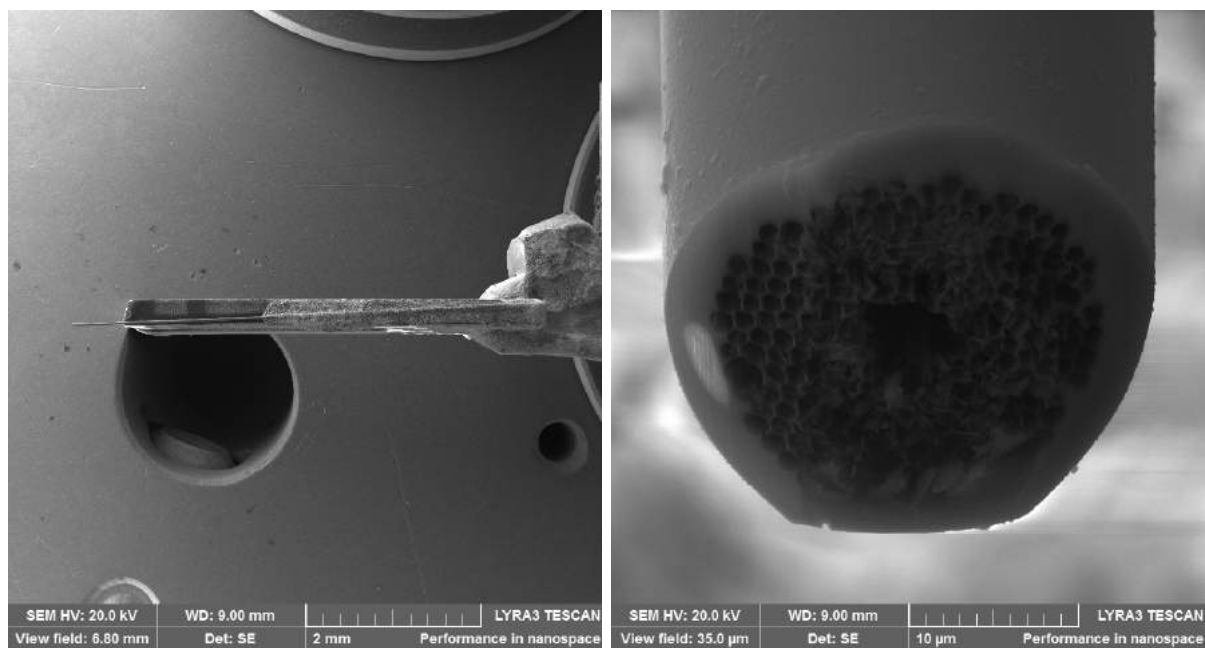
3.3. MERANIE TOPOGRAFIE SPÔVODNÝM VLÁKNOM NA PRÍSTROJI NT-MDT NTEGRA SOLA

sa robí leptaním lepidla v acetóne a isopropanole. Pri tomto procese sa však hrot ulomil (ostal prilepený na ladičke). Zo zvyšku vlákna sa potom stalo tzv. krátke vlákno.



Obr. 3.14: Neúspešne zmeraná topografia kalibračnej mriežky s pôvodným vláknom s novo pripraveným hrotom v tvare ihlanu. Tretie meranie s vyšším rozlíšením, pri ktorom vlákno stratilo kontakt.

Ostávala možnosť použiť ulomený hrot, ktorý ostal prilepený na piezo ladičke. Na obr. 3.15 je vidieť mierne zdeformovaný hrot vlákna a celkový pohľad na ulomený hrot, prilepený na piezo ladičke. Na tomto pohľade je vidieť, že na piezo ladičke je prilepená časť hrotu. V budúcnosti sme sa zamerali na výrobu hrotu, ktorý by bol krátky a umožnil by prilepenie na piezo ladičku iba akrylátovou časťou vlákna, teda obalom. Toto by mohlo zvýšiť životnosť hrotu, avšak vedie to k náročnejšiemu leptaniu v HF, k náročnejšiemu lepeniu na piezo ladičku a zvyšuje to možnosť nárazu hrotom do ladičky pri lepení.

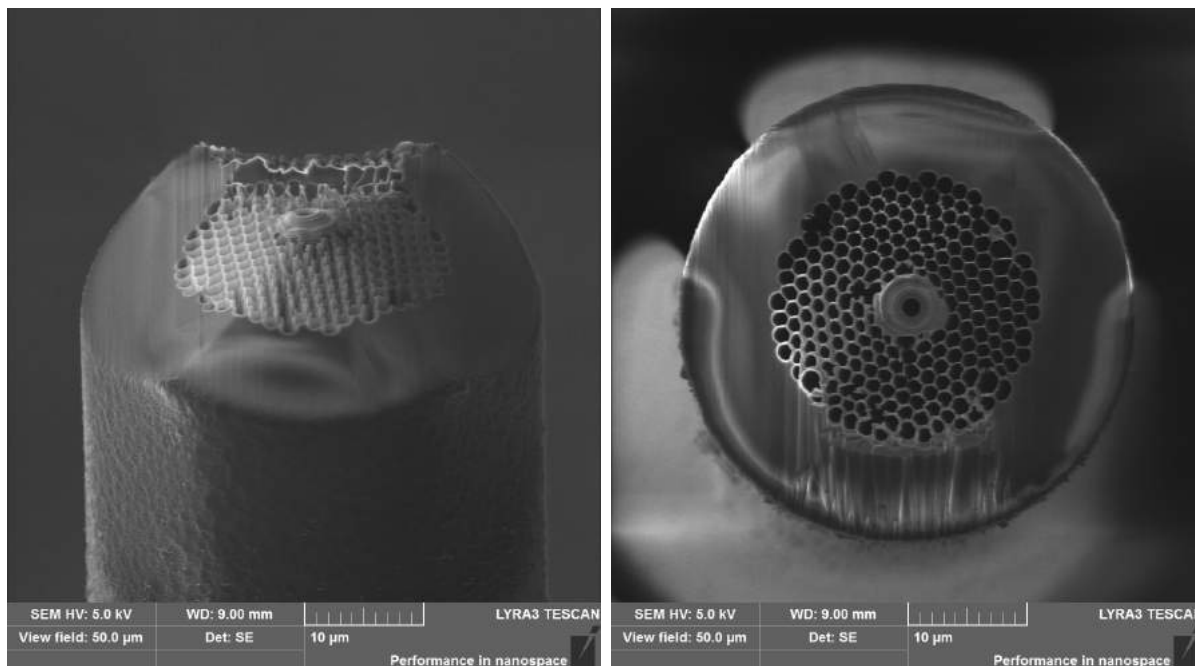


Obr. 3.15: SEM obrázok ulomeného hrotu, ktorý ostal prilepený na piezo ladičke. Vpravo, detail hrotu zachytený z boku ukazuje mierne poškodenie mikroštruktúrovanej oblasti. Obrázky zo SEM, mikroskop TESCAN LYRA3.

Ďalšie meranie topografie prebiehalo na mikroskope LiteScope.

3.4. Výroba nanoanténok na krátkom vlákne

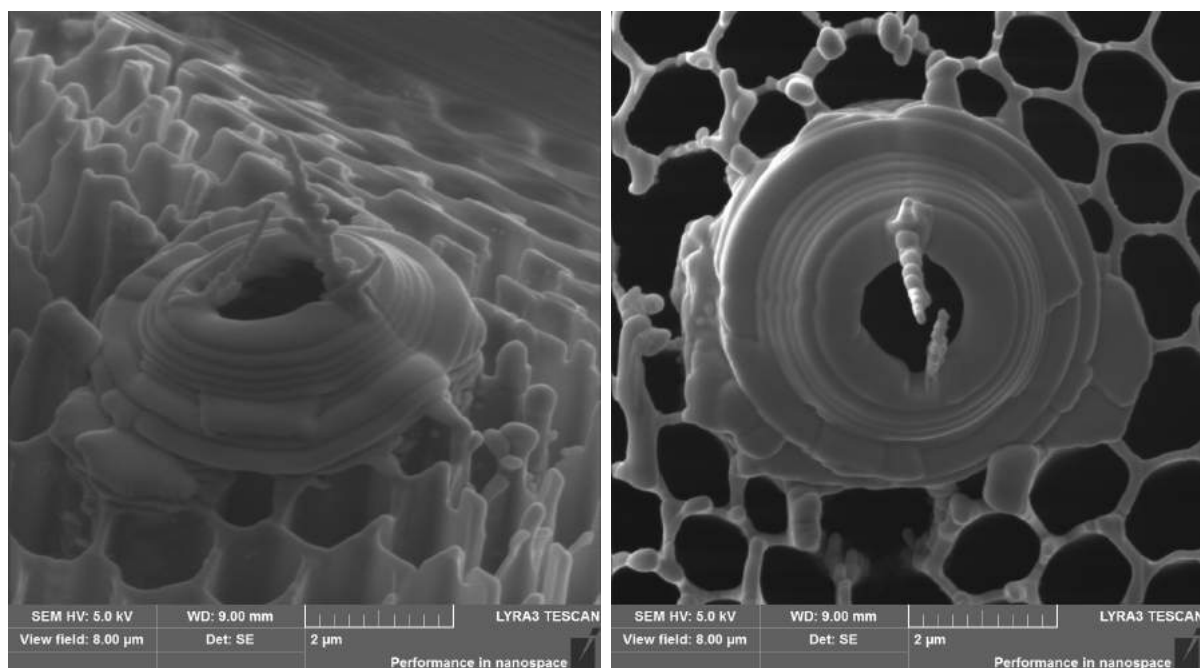
V tejto časti popíšeme experiment s depozíciou nanoanténok na špičku hrotu krátkeho dutého vlákna, ktorá prebiehala pod dohľadom Ing. Tomáša Šamořila, Ph.D. Aby sa obmedzilo nabíjanie hrotu a jeho driftovanie v elektrónovom mikroskope, hrot bol pokovený v aparátúre Kaufman. Ako materiál na nasledujúcu depozíciu FEBIDom (FIBIDom) sme zvolili platínu, pretože to zrýchľuje vyčerpávanie komory (v porovnaní s wolfrámom). Najprv sme nadeponovali platinový krúžok po obvodě centrálnej dutiny s priemerom zhruba $5\text{ }\mu\text{m}$, ktorý slúžil ako základ pre depozíciu nanoanténok. V skutočnosti sa jedná o postupnosť krúžkov so zmeňujúcim sa priemerom, ktorý pripomína skosený kužel, pozri obr. 3.16. Dôvod na takýto tvar spočíval v skráteneí nanoanténok, ktoré mali končiť v ose dutiny. Priemer dutiny sa podarilo zmenšiť na $2\text{ }\mu\text{m}$. Uhol, pod ktorým vystupujú nanoanténky, je približne 60° . Dĺžka nanoanténok vychádza zhruba $2\text{ }\mu\text{m}$. Depozícia krúžkov prebiehala technikou FIBID, kvôli jeho rozmerom (priemer dutiny zhruba $5\text{ }\mu\text{m}$). Na tento kruh sme ďalej nadeponovali technikou FEBID dve nanoanténky (dlhé zhruba $2\text{ }\mu\text{m}$), pozri obr. 3.17. Tento proces komplikoval drift zväzku, ktorý sa v porovnaní s veľkosťou nanoanténok nedá zanedbať. Toto vlákno bude použité na meranie topografie na mikroskope NenoVision LiteScope.



Obr. 3.16: Pohľad na nadeponovaný krúžok na krátke vlákno zboku a zhora. Obrázky zo SEM, mikroskop TESCAN LYRA3.

3.5. Integrácia opracovaného optického vlákna na rastrovací sondový mikroskop NenoVision LiteScope

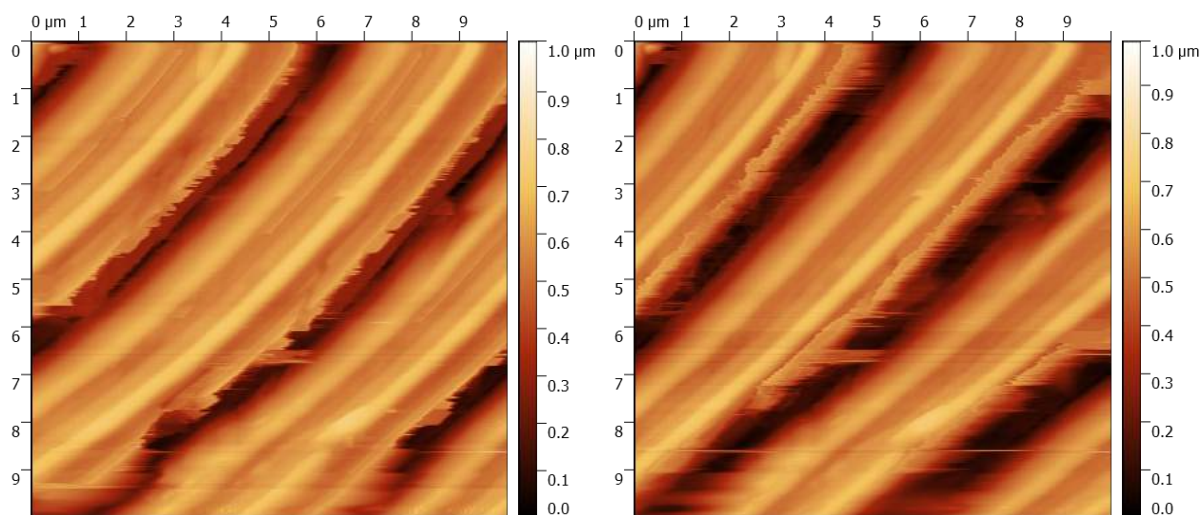
V prvom kroku sa testovalo nalepenie testovacieho vlákna s plným jadrom na piezo laďičku, vhodnú pre mikroskop NenoVision LiteScope. Tento pokus ukázal, že to možné je, pozri obr. 3.19. Avšak súčasný držiak na sondy nie je určený na použitie piezo la-



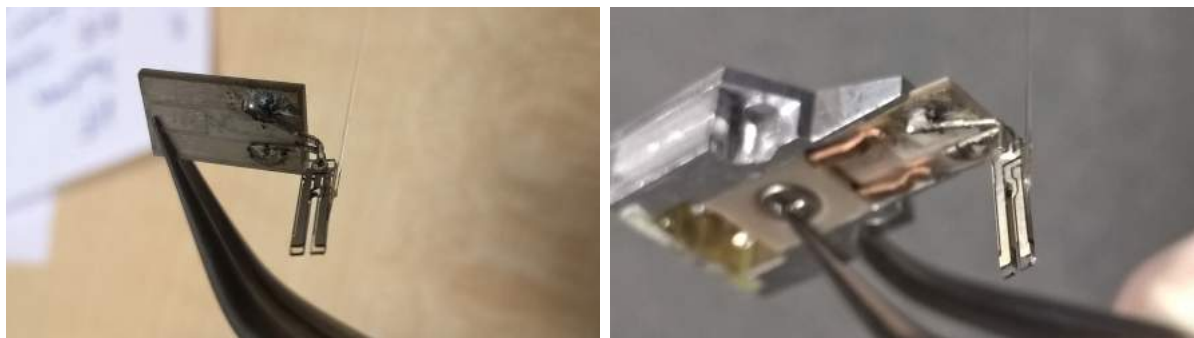
Obr. 3.17: Pohľad na nadeponované nanoanténky na krátke vlákno z boku a zhora. Obrázky zo SEM, mikroskop TESCAN LYRA3.

dičky, ktorá zaujíma kolmú polohu na povrch vzorky (ako je tomu napr. na NT-MDT NTegra Solaris). Keďže priestor medzi sondou a vzorkou je obmedzený, treba navrhnuť držiak, ktorý bude rešpektovať toto obmedzenie. Tento problém sa dá však obísť prilepením vzorky priamo na skener mikroskopu, bez použitia držiaku vzoriek. Toto riešenie nie je ideálne a v najbližšej dobe sa budeme venovať odstráneniu tohoto problému tým, že bude navrhnutý nový držiak, špeciálne určený na použitie optických vlákien.

Prvé meranie zobrazilo topografiu kalibračnej vzorky, použité vlákno však bolo tupé, a preto je kvalita merania neuspokojivá, to však nebol cieľ merania. Cieľ merania bolo ukázať, že vlákno bude fungovať ako sonda SPM. Výsledok úspešného merania je na obr. 3.18.



Obr. 3.18: Zmeraná topografia s plným vláknom na SPM NenoVision LiteScope. Použitá bola kalibračná vzorka. Vpravo je opačný smer rastrovania.

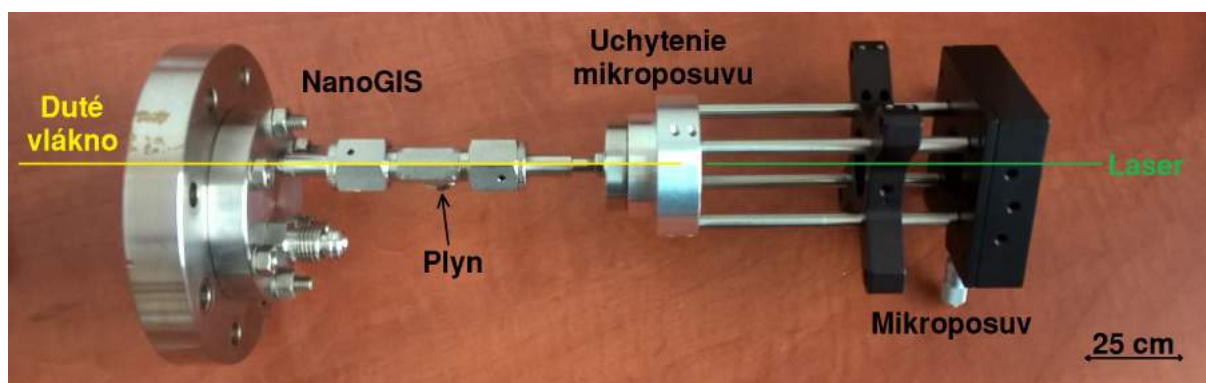


Obr. 3.19: Pohľad na piezo ladičku napojenú na dosičku určenú do držiaku sond. Vpravo je sonda vložená do držiaku.

V druhom meraní bolo použité krátke vlákno s nadeponovanými nanoanténkami. Avšak činiteľ akosti (Q - faktor) zmeranej rezonančnej krivky bol príliš malý (zhruba dvadsaťkrát menší oproti očakávanej hodnote) a v meraní sa nepokračovalo. Vlákno plánujeme prelepiť a meranie opakovať.

3.6. Vylepšenie stávajúceho systému NanoGIS a testovanie s opracovaným vláknom

Aparatúra NanoGIS, vyvíjaná na Ústave fyzikálneho inžinierstva, slúži k súčasnému zavedeniu laseru a plynu do vlákna, ktoré ďalej ústí do vakuu. Zavedenie laseru vyžadovalo, aby vlákno bolo v pozícii kolmo na sklo zavádzacej aparatúry. Okrem požiadavky na kolmosť vlákna bolo treba vyriešiť aj prepúšťanie plynu do vlákna cez tento prvok. Na tieto účely bolo zhotovené uchytenie vlákna, ktoré umožnilo kolmú polohu aj prepúšťanie plynu. V ďalšom kroku bolo treba zaviesť samotný laserový zväzok na vlákno, načo poslúžil mikroposuv s kolimátorom a objektívom. Použitie mikroposuvu má svoje opodstatnenie v rozmeroch oblasti, na ktorú chceme svietiť³. Avšak bolo treba vymyslieť uchytenie tohto mikroposuvu, pretože vlákno a mikroposuv neboli súosé. Aparatúra NanoGIS s pripojeným mikroposunom je na obr. 3.20.



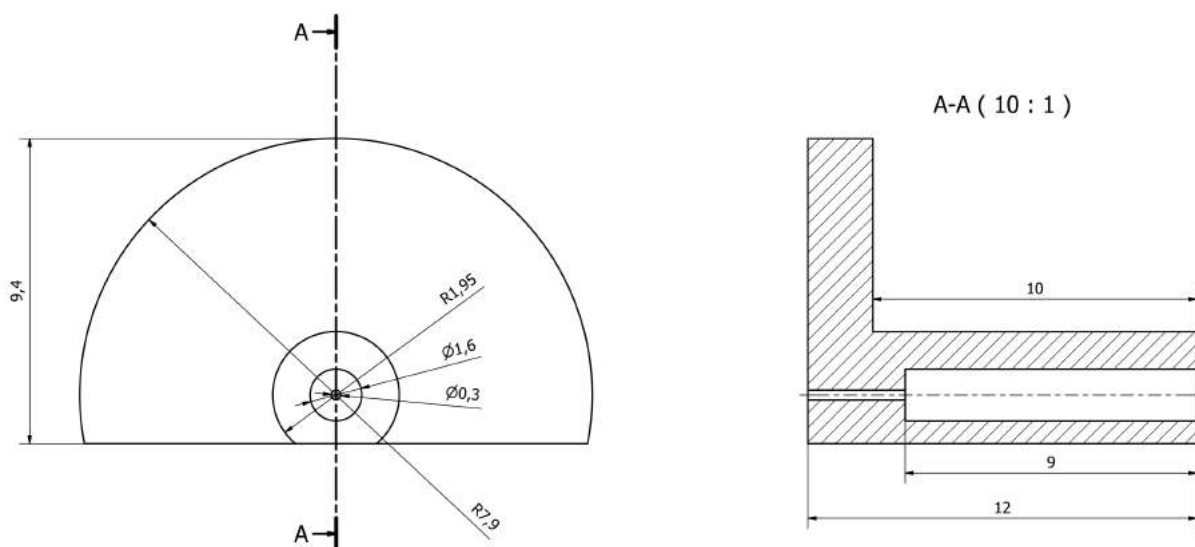
Obr. 3.20: Aparatúra NanoGIS s uchyteným mikroposuvom.

V tejto práci bolo navrhnuté uchytenie vlákna, ktoré sa zasunie do otvoru v zavádzacej aparatúre a tým sa upevní jeho poloha. Tento prvok bol vyrábaný v dielni na ÚFI FSI.

³Mikroštruktúrovaná oblasť vlákna má priemer zhruba $23\ \mu\text{m}$, pozri obr. 2.7.

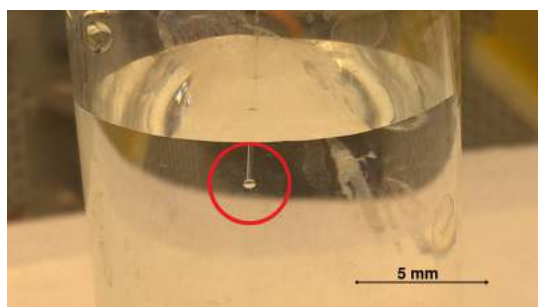
3.6. VYLEPŠENIE STÁVAJÚCEHO SYSTÉMU NANOGIS A TESTOVANIE S OPRACOVANÝM VLÁKNOM

Najväčší problém predstavovala výroba dierky s priemerom 0,3 mm, čo značne predĺžilo výrobný proces. Použitý materiál je teflón. Konštrukčný náčrt uchytenia vlákna je na obr. 3.21.



Obr. 3.21: Konštrukčný výkres uchytenia vlákna.

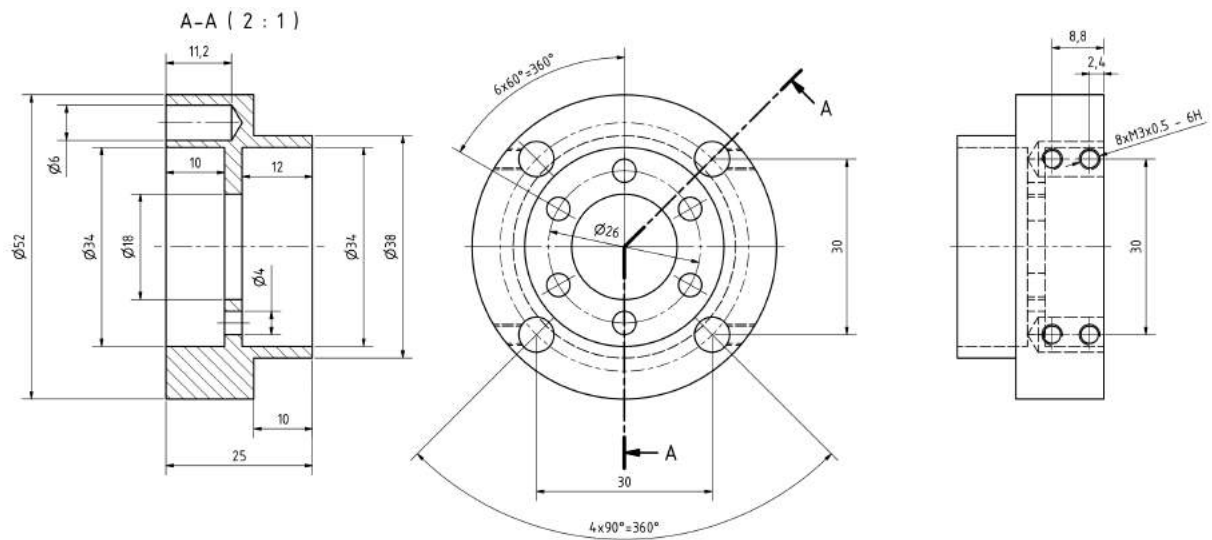
Testovanie prepúšťania plynu vláknom s pripojeným uchytením vlákna dopadol úspešne. Ako plyn sa použil stlačený dusík. Tlak sa držal okolo hodnoty 1 atm, bublinka dusíku bola zaznamenaná po cca 10 minútach fúkania, je zakrúžkovaná na fotografii na obr. 3.22.



Obr. 3.22: Fotka, ktorá zachytáva bublinku dusíku vo vode na konci dutého vlákna.

V ďalšom bude treba otestovať svietenie laseru na vlákno. Treba zvážiť možnosť poškodenia uchytenia vlákna laserovým zväzkom.

Taktiež bolo navrhnuté konštrukčné uchytenie mikroposuvu, ktorý zabezpečil súosť dutého vlákna a samotného mikroposuvu, pozri obr. 3.23. Ako materiál bol zvolený hliník, pretože jeho výroba je jednoduchšia, avšak za ceny menšej stability v porovnaní s pevnejším materiálom. Vzhľadom na rozmer fokusovanej oblasti môže systém vykazovať zvýšenú citlivosť na vibrácie. Výroba opäť prebiehala v dielni na ÚFI FSI.



Obr. 3.23: Konštrukčný výkres uchytenia mikroposuvu.

4. Záver

V tejto bakalárskej práci sme sa zaoberali prípravou SPM sond so špeciálnymi vlastnosťami z dutého optického vlákna. Pracovali sme so štyrmi vláknami, z toho tri vlákna boli duté (pôvodné, krátke a dlhé). Plné vlákno slúžilo na osvojenie si niektorých experimentálnych techník (základy práce s HF, FIB, lepenie na piezo ladičku). Príprava dutých vlákien spočívala v troch krokoch (s výnimkou pôvodného dutého vlákna, ktoré už bolo vyleptané HF).

V prvom kroku (pozri časť 3.1) sme duté vlákna leptali HF. Bola navrhnutá leptacia kadička, ktorá umožnila leptať duté vlákna bez použitia PMMA. Testovanie zhotovenej kadičky dopadlo pozitívne. Krátke vlákno sme vyleptali na priemer $40\text{ }\mu\text{m}$ a dlhé vlákno na priemer $45\text{ }\mu\text{m}$. Vlákna sme však vyleptali na oblasť s väčším priemerom, ktorý zbytočne spomaľoval ďalšiu úpravu na FIBe, a tým navýšil celkový čas na vytvorenie sondy z dutého vlákna (priemer mikroštruktúrovanej oblasti je $23\text{ }\mu\text{m}$). Prebrali sme návrhy na vylepšenie stávajúcej kadičky, ktoré by mohli proces leptania HF zefektívniť.

V druhom kroku sme vyleptané duté vlákna leptali FIBom do špičky (pozri časť 3.2). Hrot pôvodného a krátkeho vlákna sme vyleptali do tvaru ihlanu. Z časovej náročnosti FIBovania dlhého vlákna sa hrot tohoto vlákna vyleptal iba do tvaru klinu. Časová náročnosť tohoto kroku veľmi závisí od výsledku leptania HF z prvého kroku. Pôvodné vlákno bolo určené na meranie topografie na SPM mikroskope NT-MDT NTegra Solaris. Na krátke vlákno sme v ďalšom kroku deponovali nanoantény. Dlhé vlákno bolo určené na testovanie aparatury NanoGIS.

V treťom kroku sme na krátke vlákno deponovali 2 nanoantény (pozri časť 3.4). Nanoantény vyžadovali podklad na depozíciu. Preto sme po obvode centrálnej diery nadeponovali súosé krúžky so zúžujúcim sa priemerom (tento proces viedol ku skráteniu nanoanténok na dĺžku cca $2\text{ }\mu\text{m}$). Táto depozícia je náročná a aj malý drift elektrónového (iónového) zväzku môže tento krok výrazne skomplikovať. Krátke vlákno s nadeponovanými nanoanténkami bolo určené pre integráciu na SPM mikroskop NenoVision LiteScope.

V časti 3.3 sme merali topografiu na NT-MDT NTegra Solaris s pôvodným vláknom. Výsledky boli pozitívne. Avšak hrot vlákna sa ulomil a z pôvodného vlákna sa stalo tzv. krátke vlákno.

V časti 3.5 sme sa venovali meraniu topografie s krátkym vláknom s nadeponovanými nanoanténkami na NenoVision Litescope. Avšak zmeraná rezonančná krivka vykazovala malý Q - faktor. Preto sa od samotného merania odstúpilo, v pláne je skúsiť krátke vlákno prelepiť na piezo ladičku znovu.

Okrem prípravy dutých vlákien sme sa venovali rozširovaniu aparatury NanoGIS (pozri časť 3.6), ktorá slúži k zavedeniu plynu a laserového zväzku do vlákna. Bolo zhotovené uchytenie vlákna a uchytenie mikroposuvu. Testovanie prepúšťania plynu dutým vláknom dopadlo pozitívne. Testovanie s laserom máme iba v pláne, pretože sme z časových dôvodov a experimentálneho vyťaženia laseru tento experiment nestihli. Je ale v pláne jeho uskutočnenie v rámci študentského projektu AMISPEC. Časť financií z tohoto projektu bola použitá na zabezpečenie prístupu do laboratórií CEITEC Nano (TESCAN LYRA3 SEM, FIB).

Literatúra

- [1] PATRIZIO, V., et al.: Lab on Fiber Technology for biological sensing applications. *Laser & Photonics Reviews*, November 2016, vol. 10, no. 6, p. 922-961. ISSN 1863-8899.
- [2] HERTL, V.: *Příprava a testování SNOM sond se speciálními vlastnostmi*. [Bakalárska práca.] Brno: VUT, FSI, 2016. 28 s.
- [3] ŠAMOŘIL, T.: *Aplikace fokusovaného iontového a elektronového svazku v nanotechnologiích*. [Dizertačná práca.] Brno: VUT, FSI, 2015. 126 s.
- [4] De Broglie, L.: *Recherches sur la théorie des quanta (Researches on the quantum theory)*, Paris, 1924, Ann. de Physique (10) **3**, 22 (1925).
- [5] Yao, N.: *Focused Ion Beam Systems – Basics and Applications*. Cambridge University Press, Cambridge, 2007. ISBN 978-0-521-83199-4.
- [6] Utke, I., Moshkalev, S., Russell, P.: *Nanofabrication Using Focused Ion and Electron Beams – Principles and Applications*. Oxford University Press, New York, 2012. ISBN 978-0-19-973421-4.
- [7] HAVLÍČEK, P.: *Design elektronového mikroskopu*. [Diplomová práca.] Brno: VUT, FSI, 2011.
- [8] Utke, I., Hoffmann, P., Melngailis, J.: *Gas-assisted focused electron beam and ion beam processing and fabrication*. J. Vac. Sci. Technol., č. 26, 2008, s. 1197–1276.
- [9] *Focused ion beam*. [online]. Dostupné z: https://en.wikipedia.org/wiki/Focused_ion_beam
- [10] Randolph, S., J., Fowlkes, J., D., Rack, P., D.: *Focused, Nanoscale Electron-Beam-Induced Deposition and Etching*. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, č. 31, 2006, s. 55–89.
- [11] *NKT Photonics*. [online]. Dostupné z: <http://www.nktp Photonics.com/wp-content/uploads/2015/01/HC-532.pdf>
- [12] NOVOTNY, Lukas a Bert HECHT.: *Principles of nano-optics*. 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2012, xvii, 564 p. ISBN 9781107005464.
- [13] Foti, A.: *A Shape-Engineered Surface-Enhanced Raman Scattering Optical Fiber Sensor Working from the Visible to the Near-Infrared*. Plasmonics, č. 8(1), Marec 2013, s. 13–23
- [14] PAVERA, M.: *Automatizace a řízení depozice multivrstev metodou IBS/IBAD*. [Diplomová práca.] Brno: VUT, FSI, 2011. 88 s.
- [15] JAKUB, Z.: *Interakce SNOM hrotu s blízkým elektromagnetickým polem vzniklým interferencí povrchových plazmonových polaritonů*. [Bakalárska práca.] Brno: VUT, FSI, 2014. 44 s.

LITERATÚRA

- [16] Vůjtek M., Kubínek R., Mašláň M.: *Nanoskopie*. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2012, 1. vydání ISBN 978-80-244-3102-4, 122 s.
- [17] Wiesendanger, R.: *Scanning probe microscopy and spectroscopy: methods and applications*. Cambridge [England] ; New York: Cambridge University Press, 1994, ISBN 978-0-521-41810-2 978-0-521-42847-7, 637 s.
- [18] *SPM LiteScope*. [online]. Dostupné z: <http://www.nenovision.com/litescope/litescopetm/description/>
- [19] Binnig, G.; Quate, C. F.; Gerber, C.: *Atomic Force Microscope*. Review Letters, ročník 56, č. 9, mar 1986: s. 930–933, ISSN 0031-9007, doi:10.1103/PhysRevLett.56.930. URL <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.56.930>.
- [20] PAVERA, M.: *Konstrukce nízkoteplotních ultravakuových rastrovacích sondových mikroskopů*. [Dizertačná práca.] Brno: VUT, FSI, 2015. 127 s.
- [21] Atkins, P. W.; De Paula, J.: *Physical chemistry*. New York: W.H. Freeman, 7 vydanie, 2002, ISBN 978-0-7167-3539-7, 1139 s.
- [22] DUPAS C., HOUDY P., LAHMANI M.: *Nanoscience: nanotechnologies and nanophysics*. New York: Springer, 2007, ISBN 35-402-8616-0.
- [23] MIRONOV V. L.: *Fundamentals of the scanning probe microscopy*. Russian Academy of Science, Nizhniy Novgorod, 2004, the textbook for students.
- [24] Rowell, R. M.: *Handbook of wood chemistry and wood composites*. Boca Raton: Taylor & Francis : CRC Press, 2005, ISBN 978-0-203-49243-7 978-0-8493-1588-6 978-1-280-28136-5. URL http://www.chemlibnetbase.com/ejournals/books/book_km.asp?id=2015.
- [25] DUPAS C., HOUDY P., LAHMANI M.: *Nanoscience: nanotechnologies and nanophysics*. New York: Springer, 2007, ISBN 35-402-8616-0.
- [26] TURNER, D. R.: *Etch Procedure for Optical Fibers*. US patent 4469554. Udelené 1984.
- [27] SLABÝ, V.: *SNOM sondy se speciálními vlastnostmi*. [Bakalárska práca.] Brno: VUT, FSI, 2016. 34 s.

5. Zoznam použitých skratiek a symbolov

LMIS	<i>liquid metal ios source</i> - zdroj iónov zložený z atómov kovu v kvapalnej fázy
AFM	<i>atomic force microscopy</i> - mikroskopia atomárnych síl
SNOM	<i>scanning near-field optical microscopy</i> - rastrovacia optická mikroskopia v blízkom poli
SPM	<i>scanning probe microscopy</i> - rastrovacia sondová mikroskopia
SEM	<i>scanning electron microscopy</i> - rastrovacia elektrónová mikroskopia
FIB	<i>focused ion beam</i> - fokusovaný iónový zväzok
GIS	<i>gas injection system</i> - systém vstrekovania plynu
FEBID	<i>focused electron beam induced deposition</i> - depozícia indukovaná fokusovaným elektrónovým zväzkom
FIBID	<i>focused ion beam induced deposition</i> - depozícia indukovaná fokusovaným iónovým zväzkom
IBS	<i>ion beam sputtering</i> - odprašovanie iónovým zväzkom
IBAD	<i>ion beam assisted deposition</i> - asistovaná depozícia iónovým zväzkom
HF	<i>hydrofluoric acid</i> - kyselina fluórovodíková
PE	<i>polyethylene</i> - polyetylén
PTFE	<i>poly tetra fluor ethylene</i> - polytetrafluóretylén
PMMA	<i>poly methyl meth acrylate</i> - polymetylmetakrylát
TF	<i>tunning fork</i> - piezoladička